SÉRIE A,
Nº D'ORDRE: 119

THÈSES

PRÉSENTÉES

A LA FACULTÉ DES SCIENCES
DE L'UNIVERSITÉ DE PARIS
CENTRE D'ORSAY

POUR OBTENIR

LE GRADE DE DOCTEUR ÈS SCIENCES PHYSIQUES

PAR

Pierre GUYOT

1re THESE. – PLASTICITÉ DES ALLIAGES À PHASE DISPERSÉE TYPE Al/Al_2O_3

2e THESE. – PROPOSITIONS DONNÉES PAR LA FACULTÉ.

Soutenues le 22 Octobre 1965 devant la Commission d'examen.

MM. GUINIER — *Président.*
FRIEDEL, LACOMBE — *Examinateurs.*

Digitized by the Internet Archive
in 2026

https://archive.org/details/IA41534924_0019

SÉRIE A,
Nº D'ORDRE: 119

THÈSES

PRÉSENTÉES

A LA FACULTÉ DES SCIENCES
DE L'UNIVERSITÉ DE PARIS
CENTRE D'ORSAY

POUR OBTENIR

LE GRADE DE DOCTEUR ÈS SCIENCES PHYSIQUES

PAR

Pierre GUYOT

1re THESE. — PLASTICITÉ DES ALLIAGES À PHASE DISPERSÉE TYPE Al/Al_2O_3

2e THESE. — PROPOSITIONS DONNÉES PAR LA FACULTÉ.

Soutenues le 22 Octobre 1965 devant la Commission d'examen.

MM. GUINIER — *Président.*
FRIEDEL, LACOMBE — *Examinateurs.*

UNIVERSITEITSBIBLIOTHEEK - LEIDEN -

FACULTE DES SCIENCES DE L'UNIVERSITE DE PARIS
PROFESSEURS
Doyen M. ZAMANSKY

BRELOT	T	analyse supérieure
PRENANT	T	anatomie et histologie comparée
GRASSE	T	évolution des êtres organisés
PREVOST	T	chimie organique
WYART	T	minéralogie et cristallog.
FEISSIER	T	zoologie
MANGENOT	T	biologie végétale (Orsay)
AUGER	T	physique quantique et relativité
MONNIER	T	physiologie générale
PIVETEAU	T	paléontologie
ROCARD	T	physique (ENS)
CARTAN	T	mathématiques (ENS)
LAFFITTE	T	chimie générale
N...	T	géométrie supérieure
COULOMB	T	physique du globe
Mlle COUSIN	T	biologie animale SPCN
CHRETIEN	T	chimie minérale
BOCQUET	T	zoologie
KASTLER	T	physique (ENS)
EPHRUSSI	T	génétique
RIVIERE	T	géologie SPCN et sédimento. (Orsay)
GAUTHERET	T	biologie végétale PCB
LUCAS R.	T	recherches physiques
THOMAS A.	T	biologie cellulaire
ARNULF	T	optique appliquée
MORAND	T	physique enseignement
SOLEILLET	T	physique PCB
FORTIER	T	mécanique expérimentale des fluides
DRACH	T	zoologie
QUENEY	T	météorologie et dynamique atmosph.
GALLIEN	T	embryologie
EICHHORN	T	botanique
DE CUGNAC	T	biologie végétale SPCN
Mlle CAUCHOIS	T	chimie physique
THELLIER	T	physique du globe
L'HERITIER	T	biologie générale (Orsay)
GRIVET	T	radioélectricité (Orsay)
PONCIN	T	mécanique générale
DUBREIL	T	arith. et théorie des nombres
CHAMPETIER	T	chimie macromolécuilaire
CUVILLIER	T	micropaléontologie
JUNG	T	géologie
TRILLAT	T	microscopie et diffraction électronique
WIEMANN	T	chimie organique et structurale
JACQUINOT	T	spectroscopie et physique céleste (Orsay)
VASSY	T	physique de l'atmosphère
DESTOUCHES	T	théories physiques
AMIEL	T	chimie générale
HOCART	T	minéralogie et cristallographie
MATHIEU J.P.	T	physique optique
COUTEAUX	T	cytologie
MAY	T	zoologie
CHOQUET	T	thèorie des fonctions et topologie
FELDMANN	T	biologie végétale marine
GUINIER	T	physique des solides (Orsay)
JOST	T	physiologie comparée
FORTET	T	calcul des probabilités et phy. math.
SCHWARTZ	T	calcul dif. et intégral
CHOUARD	T	physiologie végétale
MALAVARD	T	aviation (tech. aéron.)
NORMANT	T	synthèse organique
BENARD	T	chimie minérale
BUVAT	T	botanique (ENS)
DUGUE	T	statistiques mathématiques
SOULAIRAC	T	psychophysiologie
ULRICH	T	physiologie végétale appl.
MARECHAL	T	optique théor. et appl.
KIRRMANN	T	théories chimiques
CHADEFAUD	T	botanique
Mlle LE BRETON	T	physiologie de la nutrit.
LELONG	T	application de l'analyse à la géom.
DEVILLERS	T	anatomie et histologie comparée
EHRESMANN	T	topologie algèbrique
FRANCON	T	physique SPCN
GLANGEAUD	T	géographie phys, et géologie dynam.
DODEMENT	T	mathématiques MGP
PISOT	T	techniques mathématiques de la phys.
QUELET	T	chimie organique
CAGNIARD	T	géophysique appliquée
LENNUIER	T	physique MGP
RIZET	T	génétique (Orsay)
ROUTHIER	T	géologie appliquée
Mme TONNELAT	T	physique théorique
DIXMIER	T	matématiques MPC
SOUCHAY	T	chimie générale
AIGRAIN	T	électrotechnique générale
BRUSSET	T	chimie systématique
LEVY M.	T	physique théorique et htes énergies (Orsay)
Mme CHAIX	T	chimie biologique
Mme HUREL PY	T	biologie végétale PCB
PANNETIER	T	chimie générale
BRUN	T	mécanique des fluides 1
LEDERER	T	chimie biologique (Orsay)
Mme DUBREIL	T	matématiques (agrégat)
Mme LELONG	T	mathématiues II (ENS)
BELLAIR	T	géologie SPCN
COTTE	T	physique électricité
DUBOIS J.E.	T	chimie organique
LAMOTTE	T	zoologie (ENS)
MICHEL A.	T	chimie minérale (Orsay)
OLMER	T	énergétique générale
ROUAULT	T	électricité (Orsay)
GAUTHIER	T	mécanique appliquée
BARCHEWITZ	T	chimie physique
BROSSEL	T	physique atomique
BUSER	T	physiologie comparée
CAMUS	T	physiologie végétale
CASTAING	T	physique II thermodynamique (Orsay)
CURIEN	T	minéralogie et cristallographie
MOYSE	T	physiologie végétale (Orsay)
Mme CHARNIAUX-COTTON	T	évolution des étres organisés
POSSOMPES	T	zoologie
PULLMANN	T	chimie quantique
TEILLAC	T	physique nucléaire radioact. (Orsay)
TONNELAT	T	biologie-physico-chimique (Orsay)
VILLE	T	économétrie
WILLEMART	T	chimie PCB
DODE	T	chimie (Orsay)
FREYMANN	T	recherches physiques
GUINOCHET	T	biologie végétale SPCN (Orsay)
ROCH	T	géologie
SCHATZMANN	T	astrophysique
TERMIER	T	géologie générale
ZAMANSKY	T	mathématiques générales
LUCAS	T	géologie
ALLARD	T	chimie physique
BERTHELOT	T	physique des particules fondamentales (Orsay)
BRICARD	T	météorol. et physique de l'atmosphère (Orsay)
Mme ALBE FESSARD	T	psycho-physiologie
FRIEDEL	T	physique des solides (Orsay)
JULIA M.	T	études des molécul. naturelles complexes
LENDER	T	biologie animale SPCN (Orsay)
MAGAT	T	physico-chimie des radio-éléments
Mlle QUINTIN	T	électrochimie
MONOD	T	chimie du métabolisme
BENOIT	T	physiologie animale (Orsay)
DE POSSEL	T	analyse numérique
CHARLOT	T	chimie analytique
LEMEE	T	écologie végétale (Orsay)
GUERIN	T	chimie MPC (Orsay)
CHATELET	T	chimie PCB
JEAN	T	physique nucléaire (Orsay)
MATTLER	T	physique SPCN
BERGERARD	T	zoologie (Orsay)
BERTEIN	T	électronique (Orsay)
BOUISSIERES	T	radiochimie
Mme COUTURE	T	thermodyn. et méca. phys.
ELLEMBERGER	T	géologie des grandes régions du globe (Ors.)
FRANC	T	biologie animale PCB
SCHNELL		botanique tropicale
STLKOWSKI	T	physiologie végétale
ACHER	T	chimie biologique
BAUDOIN	T	biologie animale PCB
BEAUMONT		biologie animale SPCN
BLAMONT		géophysique ionosphère
BOUREAU	T	botanique
CURIE D.		physique MGP
DURAND DELGA	T	géologie
FREON	T	chimie organique (Orsay)
HELLER	T	physiologie végétale

TORTRAT	T	calcul des probabilités
CAILLEUX	T	géologie SPCN
MAGNAN		physique électricité
DAUDEL	T	mécanique ondulatoire appliquée à la chimie théor. et à la phys. nucléaire
ROLLET	T	chimie minérale
Mlle JOSIEN	T	chimie SPCN
CHEVALLEY	T	géométrie algèbrique et théorie des groupes
ARNOULT	T	électronique (Orsay)
CHAPELLE	T	physique I (Orsay)
DELANGE	T	mathématiques I (Orsay)
DENY	T	mathématiques générales (Orsay)
GERMAIN	T	mécanique théorique des fluides
LACOMBE	T	métallurgie des métaux nucléaires (Orsay)
BROCHARD	T	physique MGP (Orsay)
CABANNES	T	mécanique générale
LESIEUR	T	mathématiques I (Orsay)
MAZET	T	mécanique générale (Orsay)
CAIRE		géographie phys. et géol. dynamique
COMOLET		mécanique des fluides
CORABOEUF	T	physiologie animale (Orsay)
DELLOUE	T	physique de l'exosphère
GORENFLOT		botanique II (Orsay)
HOUILLON		biologie animale PCB
JULLIEN J.		chimie SPCN (Orsay)
MALGRANGE	T	techniques math. de la phys. (Orsay)
OLIVIER		anthropologie
NOZERAN	T	botanique II (Orsay)
BLANC LAPIERRE	T	physique ENS (Orsay)
CHEVAUGEON	T	botanique (Orsay)
KAHANE	T	mathématiques (Orsay)
SAMUEL	T	mathématiques ENS féminine
KOURGANOFF	T	astronomie (Orsay)
THIRY	T	mécanique céleste
ABELES		physique SPCN
AMAT	T	physique PCB
AUBOIN	T	géologie
Mme BENOIST-GUEUTAL	T	physique nucléaire et radioactivité (Orsay)
BOUGIS		biologie marine Villefranche s/Mer
BRUHAT	T	mathématiques MPC
BRUNN	T	géologie historique (Orsay)
CHABBAL	T	physique MGP (Orsay)
DEHEUVELS	T	mathématiques propédeutique
D'ESPAGNAT	T	physique théorique (Orsay)
FURON	T	géologie SPCN
Mme GANS	T	génétique
GENEVES		biologie végétale PCB
GUILBERT		physique CSU Orléans
HUPE	T	pétrographie
HOLLANDE	T	biologie générale
LIONS	T	analyse numérique
MAITTE	T	chimie PCB
MEYER		physique propédeutique
NICOLAS		géologie appliquée
PANIGEL		biologie générale
Mlle FOURCROY		biologie végétale SPCN
Mme CHOQUET-BRUHAT	T	mécanique analytique et mécanique céleste
Mlle VEIL	T	physiologie générale
LWOFF	T	microbiologie
SIESTRUNCK	T	mécanique physique et expérimentale
NERON	T	mathématiques MPC (Orsay)
Mme PECKER-WIMEL	T	astrophysique
BALKANSKY		physique MPC
LE CORRE	T	électricité
DELCROIX	T	physique des milieux ionisés
GOURDIN		physique théorique et htes énergies (Orsay)
LEHMANN	T	physique expérimentale des htes énergies
NATAF	T	physique nucléaire et radioactivité (Orsay)
ECHALIER		biologie animale PCB
BARRAUD		physiologie cellulaire
LIORET	T	physiologie végétale (Orsay)
DARS		géologie structurale et géologie appliquée
CAMEFORT	T	botanique (agrégation)
VICHNIEWSKY	T	mécanique industrielle
BLAQUIERE		électronique (Orsay)
ARNOUS	T	physique théorique
TATIBOUET		chimie CSU Orléans
MALLIAVIN	T	mathématiques propédeutique (Orsay)
GAUDEMAR		chimie propédeutique
PEREZ Y JORBA		physique expérimentale des htes énergies (Ors.)
DAVID	T	chimie (agrégation Orsay)
BROUSSE	T	mécanique théorique
ROSCH	T	astronomie
GUY	T	physique expérimentale
LAZARD		mathématiques MPC
MOREL P.		physique MPC
ARSAC		programmation
LEFEBVRE		chimie MPC
CHAPEVILLE		biochimie
BENOIT		physique CPEM
RIO		chimie CPEM
JAUZEIN		géologie (ENS)
PREVOST G.		biologie végétale CPEM
FAVARD P.		biologie animale CPEM
VILKAS		chimie CPEM
Mlle FICINI		chimie CPEM
LEQUEUX		astronomie
COHEN TANNOUDJI		physique MPC
TAVERNIER		physique CPEM
Mme ROIZEN		physique CPEM
DURAND M.		biologie animale SPCN
RAVIER		pétrographie
ROSEAU	T	mécanique théorique des fluides
ROUBINE		électronique
SILBER	T	chimie PCB
UEBERSFELD	T	électronique
YVON	T	théories physiques
HERVE	T	mathématiques
JANCOVICI		physique atomique (Orsay)
FALK-VAIRANT		physique nucléaire (Orsay)
FETIZON		chimie propédeutique (Orsay)
CERF		mathématiques (Orsay)
PASCAUD		physiologie
Mme PETIT		biologie animale CPEM
BROUSSE		géologie (Orsay)
CAGNAC		physique agrégation (Orsay)
LEBERRE		zoologie (Orsay)
SCHAEFFER		microbiologie (Orsay)
DE GENNES		physique des solides (Orsay)
RIOU		physique nucléaire expérimentale (Orsay)
CLAUSER		chimie biologique (Orsay)
CHEVALIER		physiologie animale (Orsay)

Le secrétaire général: R. POULLAIN

TABLE DES MATIERES

Pages

INTRODUCTION 7

CHAPITRE 1 : GENERALITES SUR LA DEFORMATION PLASTIQUE 9

1. Aspect phénoménologique de la déformation plastique
2. Mécanismes de déformation dans les métaux purs
3. Métaux contenant des précipités

CHAPITRE 2 : METHODES EXPERIMENTALES 19

1. Essais mécaniques
1.1. Généralités
1.2. Détermination de l'énergie d'activation
1.3. Détermination du volume d'activation
2. Microscopie

CHAPITRE 3 : COMPOSITION ET STRUCTURE DU SAP 27

1. Composition chimique
2. Structure du SAP extrudé
2.1. Structure de la phase alumine
2.2. Structure de la matrice
2.3. Incohérence de l'interface alumine-aluminium
3. Stabilité

CHAPITRE 4 : LES PROCESSUS DE DEFORMATION PLASTIQUE DU SAP A BASSE TEMPERATURE 43

1. Allure générale des courbes de traction
2. Variation avec la température de la contrainte pour une déformation donnée
3. Diagramme force-distance
4. Déviation et diffusion
5. Durcissement d'écrouissage
6. Microscopie électronique

.../.

Pages

CHAPITRE 5 : LES PROCESSUS DE DEFORMATION PLASTIQUE DU SAP A HAUTE TEMPERATURE 74

1. Allure générale des courbes de traction
2. Energies d'activation
3. Volumes d'activation
4. Discussion

4.1. Déviation et diffusion
4.2. Hautes températures

5. Influence de la taille du grain
6. Microscopie électronique

CHAPITRE 6 : CONCLUSIONS 100

Annexe 1 : Elaboration du SAP
Annexe 2 : Comptage de N_s et N_l
Annexe 3 : Durcissement des impuretés
Annexe 4 : Energie d'activation du franchissement des arbres attractifs
Annexe 5 : Franchissement des particules par glissement

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES 120

INTRODUCTION

Les alliages obtenus par dispersion de particules discrètes d'une seconde phase dans une matrice métallique ont été l'objet pendant ces dernières années d'un intérêt croissant. Dans la mesure où la stabilité de la phase dispersée est assurée, ces alliages possèdent en effet des propriétés mécaniques justifiant leur développement et leur utilisation comme matériaux à hautes températures : résistance à la recristallisation, faibles vitesses de fluage, résistance mécanique importante jusqu'à des températures approchant le point de fusion de la matrice métallique.

Une classification simple de ces alliages, liée à la forme des courbes de traction, s'est imposée : les inclusions cohérentes (amas de GUINIER, précipités cohérents) se déforment avec la matrice, et la courbe contrainte-déformation de l'alliage a les mêmes caractéristiques que celles du métal pur ou de la solution solide ; les inclusions incohérentes ne se déforment en général pas avec la matrice, et le taux de consolidation de l'alliage est supérieur à celui du métal pur.

Le SAP * , introduit en 1949 par IRMANN (1), constitué d'une dispersion de particules d'alumine dans une matrice polycristalline d'aluminium, appartient à cette dernière catégorie.

Si les études de structure des alliages à précipités incohérents sont relativement abondantes, il n'existe pratiquement pas d'étude complète de la cinétique de déformation, si bien que les mécanismes de déformation plastique en sont restés à un état hypothétique.

Le présent travail tente de déterminer ces mécanismes dans le SAP à grains fins, à l'état extrudé.

A vrai dire le SAP ne constitue pas le matériau idéal pour une telle étude. Bien que sa fabrication ait dépassé le stade laboratoire, il est actuellement difficile d'obtenir un matériau avec des spécifications constantes et précises. Dans l'ensemble, on peut considérer que les conditions d'élaboration se sont améliorées d'année en année, introduisant, suivant l'âge des lots d'extrusion, des différences sensibles dans leur comportement mécanique. Il est donc

* Sintered aluminium powder

indispensable d'opérer sur un lot unique, ou sur des lots voisins, ce qui constitue évidemment une condition assez limitative. D'autre part, le SAP utilisé ici est obtenu par frittage-extrusion d'une poudre d'aluminium de pureté commerciale (99,5 %). Il existe donc au départ une certaine teneur en impuretés, auxquelles viennent se joindre celles introduites en cours de fabrication. D'où la présence d'un paramètre supplémentaire, les impuretés atomiques pouvant à priori interagir avec les dislocations.

En fait, le SAP nous a été imposé par un impératif nucléaire : sa faible section efficace d'absorption neutronique, sa bonne conductibilité thermique ainsi que sa résistance mécanique importante à haute température, ont rendu son utilisation intéressante pour certain type de réacteur nucléaire. Les recherches, financées par EURATOM, se sont donc naturellement orientées vers ce matériau.

L'examen systématique de la cinétique de la déformation et des analyses de structure en microscopie électronique par transmission permettent d'envisager des mécanismes de déformation.

On est conduit à considérer l'interaction des dislocations mobiles avec les particules de la seconde phase. Cette interaction n'est pas toujours déterminante Les interactions élastiques entre dislocations peuvent en effet être prépondérantes, les particules n'intervenant alors qu'indirectement.

Les résultats expérimantaux sont confrontés à des modèles de dislocations. Des modèles valables dans l'aluminium pur sont parfois convenables. Des modèles spécifiques au SAP doivent dans d'autres cas être considérés.

Un rapide aperçu de l'élaboration du SAP utilisé est donné en annexe 1.

Nous rappelons au chapitre 1 des généralités sur la déformation plastique des métaux purs et des métaux contenant des précipités.

Dans le chapitre 2 sont rassemblées les méthodes expérimentales mises en oeuvre.

La composition et la structure du SAP sont étudiées au chapitre 3.

Les processus de déformation plastique du SAP sont abordés au chapitre 4 pour les basses températures, et au chapitre 5 pour les hautes températures.

Les conclusions constituent le chapitre 6.

CHAPITRE 1

GENERALITES SUR LA DEFORMATION PLASTIQUE

Un solide cristallin soumis à une contrainte τ se déforme élastiquement (déformation réversible proportionnelle à la contrainte) si $\tau < \tau_c$, τ_c étant appelée limite élastique. Si $\tau > \tau_c$, le cristal se déforme plastiquement et les théories actuelles analysent cette déformation plastique en fonction du déplacement et du blocage des dislocations. Après avoir considéré l'aspect phénoménologique de la déformation plastique qui nous permet d'introduire aisément des grandeurs physiques déterminables expérimentalement, nous décrivons brièvement différents mécanismes développés jusqu'à présent pour expliquer certains résultats expérimentaux concernant les métaux purs. Enfin nous rappelons quelques théories relatives aux alliages à précipités incohérents.

1. Aspect phénoménologique de la déformation plastique

1.1. Processus thermiquement activé

De nombreux auteurs ont étudié les lois déformation-temps gouvernant les différents types de fluage. Il est plus aisé de rendre compte de la généralité des résultats expérimentaux en introduisant la vitesse de déformation $\dot{\varepsilon}$.

Dans la mesure où un seul mécanisme de déformation intervient, $\dot{\varepsilon}$ prend généralement la forme :*

$$\dot{\varepsilon} = A(\tau, T, s) \exp\left[- \Delta H(\tau, T, s) / kT \right] \qquad (1.1.)$$

traduisant le fait que le mécanisme est thermiquement activé à l'échelle atomique.

* Dans le cas du frottement visqueux, réglé par la diffusion des lacunes, (1.1.) prend une forme différente, où τ intervient, non plus dans un terme exponentiel, mais dans un terme sh ou dans un terme puissance. v^* n'est alors plus donné par (1.8.) (cf. chap. 5).

A et ΔH sont respectivement le facteur de fréquence et l'énergie d'activation du mécanisme; ils dépendent d'une façon générale de la contrainte τ , de la température T, et d'un facteur plus complexe s, appelé facteur de structure; ce dernier est lié au nombre, à la configuration des défauts cristallins qui influencent la déformation (lacunes, impuretés atomiques, dislocations, joints de grain, précipités, etc...) k est la constante de BOLTZMANN.

Il se peut qu'un certain nombre de mécanismes interviennent en parallèle ou en série. S'ils sont en parallèle, c'est-à-dire indépendants les uns des autres,

$$\dot{\varepsilon} = \sum_i A_i \exp (- \Delta H_i / kT) \qquad (1.2.)$$

et le mécanisme le plus rapide contrôle la déformation. S'ils sont en série, c'est-à-dire dépendants, le plus lent est déterminant.

L'étude de l'équation de déformation consiste à évaluer la nature des fonctions A et ΔH caractérisant un processus, et à en trouver une interprétation atomistique. Le facteur de structure est complexe, étant à la fois fonction de l'histoire métallurgique du métal et des valeurs instantanées de τ , T et $\dot{\varepsilon}$. Afin de séparer l'action de τ , T et $\dot{\varepsilon}$, sur s et sur le processus de déformation, certains auteurs ont essayé de définir spécifiquement le facteur de structure à partir de la contrainte, de la déformation, ou de paramètres plus complexes tels que par exemple $Z = \dot{\varepsilon} \exp \Delta H/kT$ (2) . Mais les résultats obtenus sont approximatifs et valables uniquement dans des domaines limités de température, contrainte et déformation. Quoi qu'il en soit, l'évaluation du mécanisme de déformation ne sera correcte que dans la mesure où la structure reste constante en cours d'essai; cette condition favorise l'utilisation d'essais dits "différentiels".

1.2. Energie et volume d'activation

Si un mécanisme unique gouverne la déformation, si A n'est pas fonction de la température, et à structure constante, ΔH est donné à partir de (1.1.) par :

$$\Delta H = - k \left(\frac{\partial \mathrm{Ln} \dot{\varepsilon}}{\partial 1/T} \right)_\tau \qquad (1.3.)$$

(1.3.) est valable à hautes températures. A basses températures, il y a lieu de considérer une contrainte interne provenant des interactions élastiques entre dislocations. ΔH est alors supposé fonction de la contrainte effective $\tau - \tau_i$, différence entre la contrainte appliquée τ et la contrainte interne τ_i. τ_i variant avec la température comme les constantes élastiques, on est alors conduit à l'expression (3-5) :

$$\Delta H = kT^2 \left[\left(\frac{\partial \mathrm{Ln}\dot{\varepsilon}}{\partial T} \right)_\tau + \left(\frac{\partial \mathrm{Ln}\dot{\varepsilon}}{\partial \tau} \right)_T \left(\frac{\tau_i}{\mu} \cdot \frac{d\mu}{dT} \right) \right] \qquad (1.4.)$$

où μ est le module de cisaillement.
La relation (1.3.) peut encore s'écrire :

$$\Delta H = - kT^2 \left(\frac{\partial \mathrm{Ln}\dot{\varepsilon}}{\partial \tau} \right)_T \left(\frac{\partial \tau}{\partial T} \right)_{\dot{\varepsilon}} \qquad (1.5.)$$

soit, à basses températures, en tenant compte de τ_i :

$$\Delta H = - kT^2 \left(\frac{\partial \mathrm{Ln}\dot{\varepsilon}}{\partial \tau} \right)_T \left[\left(\frac{\partial \tau}{\partial T} \right)_{\dot{\varepsilon}} - \left(\frac{\tau_i}{\mu} \cdot \frac{d\mu}{dT} \right) \right] \qquad (1.6.)$$

On introduit le volume d'activation :

$$v^* = kT \left(\frac{\partial \mathrm{Ln}\dot{\varepsilon}}{\partial \tau} \right)_T \qquad (1.7.)$$

Si le facteur de fréquence ne dépend pas de la contrainte, (1.7.) s'écrit, à partir de (1.1.) :

$$v^* = - \left(\frac{\partial \Delta H}{\partial \tau} \right)_T \qquad (1.8.)$$

Dans la mesure où τ_i est expérimentalement accessible, on utilisera, à basses températures, (1.4.) et (1.6.); à hautes températures, (1.7.), (1.9.) et (1.10.) :

$$\Delta H = - k \left(\frac{\partial \mathrm{Ln}\dot{\varepsilon}}{\partial 1/T} \right)_\tau = kT^2 \left(\frac{\partial \mathrm{Ln}\dot{\varepsilon}}{\partial T} \right)_T \qquad (1.9.)$$

$$\Delta H = -kT^2 \left(\frac{\partial \mathrm{Ln}\dot{\varepsilon}}{\partial \tau} \right)_T \left(\frac{\partial \tau}{\partial T} \right)_{\dot{\varepsilon}} = - Tv^* \left(\frac{\partial \tau}{\partial T} \right)_{\dot{\varepsilon}} \qquad (1.10.)$$

2. Mécanismes de déformation dans les métaux purs

Les processus de déformation, analysés en fonction du déplacement des dislocations, justifient, à partir des états structuraux, les formes empiriques de l'équation (1.1.). Un bref aperçu de l'état actuel de nos connaissances pour les métaux purs s'avère indispensable, puisque les alliages à phase dispersée se comportent, à certains égards, comme ces derniers.

Les essais mécaniques de fluage et de traction à vitesse constante s'interprètent en considérant que les dislocations peuvent se déplacer par glissement pur dans leur plan de glissement, ou par transport de matière atome par atome (diffusion). La détermination de l'énergie d'activation permet de caractériser le plus souvent sans ambiguité ces deux types de processus.

2.1. Basses températures

Le fluage α ou logarithmique observé à basses températures et sous faibles charges est attribué au glissement des dislocations dans leur plan de glissement, leur mouvement étant gêné par les contraintes internes à longue distance et par les obstacles à courte distance constitués par les "arbres" perçant le plan de glissement. L'activation thermique correspond alors à la formation des crans produits durant l'intersection des dislocations; l'énergie d'activation est égale à l'énergie de formation d'une paire de crans, $2\,U_{fc}$, diminuée du travail de la contrainte appliquée sur l'arc de dislocation mobile pendant le glissement nécessaire à la formation des crans.

Ce mécanisme de traversée de"forêt" permet de rendre compte également de la variation à basse température de la contrainte pour une déformation donnée, obtenue à partir d'essais de traction à vitesse constante : partie AC de la courbe de la figure 1.1.

Le volume d'activation est alors directement relié à la distance entre les arbres et à la largeur des dislocations.

La force de PEIERLS-NABARRO, qui s'oppose au glissement d'une dislocation dans le réseau cristallin, peut dans certains cas rendre compte du durcissement à basse température : cristaux à caractère covalent, cristaux ioniques, cristaux à structure complexe, pour lesquels la force de PEIERLS-NABARRO prend des valeurs importantes.

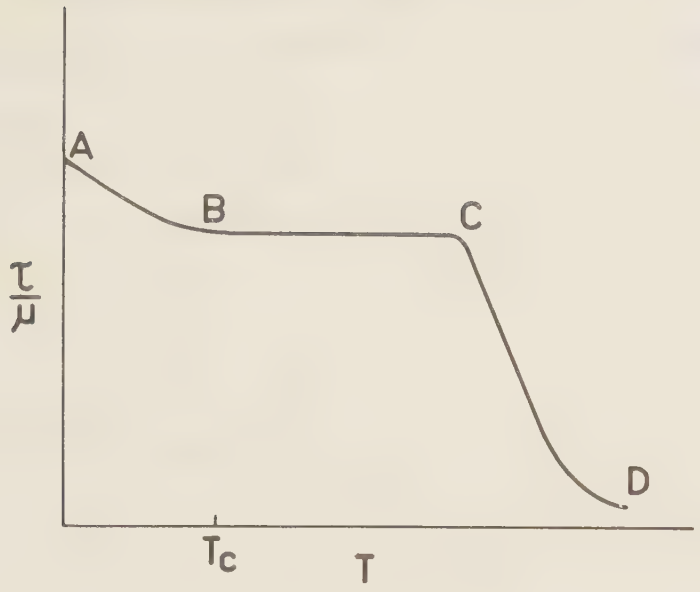

Fig. 1.1. : Variation de la contrainte pour une déformation donnée avec la température, à vitesse de déformation constante.

2.2. Hautes températures

Au domaine des hautes températures appartiennent les fluages du type β et χ, ainsi que la chute CD de la figure 1.1. pour la traction à vitesse constante. On y distingue actuellement deux types de processus :

a) le glissement, réglé par la déviation des dislocations. L'énergie d'activation serait alors une fonction décroissante de la contrainte,

b) le transport de matière atome par atome par auto-diffusion. NABARRO (6) décrivit le premier ce mécanisme en considérant que les sources et les puits de lacunes sont constitués par les surfaces externes du cristal ou par les joints de grain; il a été étendu par la suite aux cas où les dislocations émettent ou absorbent des lacunes par montée. L'énergie d'activation est alors indépendante de la contrainte effective et est égale à l'énergie d'auto-diffusion.

Une étude expérimentale systématique de l'énergie d'activation permet d'obtenir des valeurs bien définies de ΔH, attribuées à ces différents processus. DORN et ses collaborateurs (7) ont obtenu pour les monocristaux

d'aluminium le spectre représenté sur la figure 1.2. : la fraction de courbe OAB correspond au mécanisme d'intersection de dislocations, les fractions CD et EF correspondent respectivement à la déviation et à l'auto-diffusion.

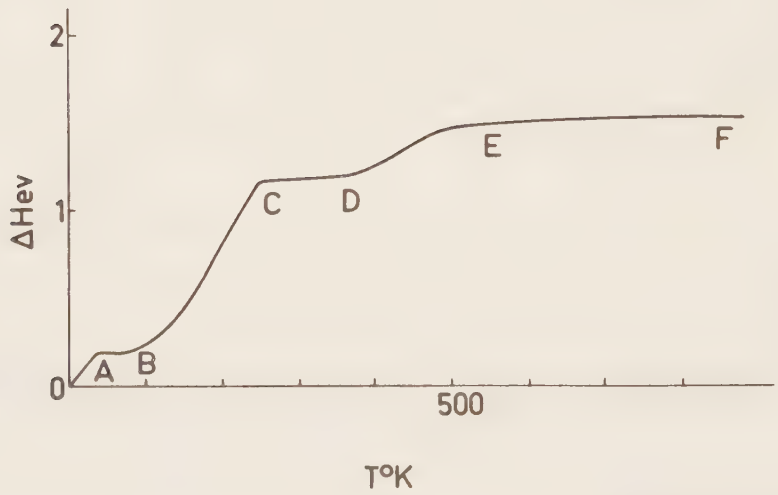

Fig. 1.2. : Energies d'activation obtenues par DORN, à partir d'essais de fluage, pour l'aluminium.

2.3. Rôle des joints de grains

Les joints de grain dans un polycristal peuvent intervenir soit directement par cisaillement, soit indirectement en modifiant les propriétés des grains. La contribution au fluage apportée par le cisaillement des joints est en général faible, mais la contribution indirecte par modification des propriétés plastiques des grains est effective :

- à basse température, en augmentant le durcissement,
- à haute température, en accélérant la vitesse de fluage (fluage r); il peut y avoir déplacement des joints ("recristallisation") et cisaillement des joints, d'où absorption des dislocations empilées. Cette absorption est accompagnée de concentration de contraintes sur les obstacles au cisaillement, ce qui peut se traduire par la formation de bandes de déformation conduisant à la cassure des grains. Les concentrations de contraintes

peuvent probablement être aussi à l'origine des fissures intergranulaires conduisant à la rupture : FRIEDEL et CRUSSARD (8).

3. Métaux contenant des précipités

Leur classification, évoquée dans l'introduction, et se rapportant finalement à l'état de cohérence ou d'incohérence du précipité, est due à KELLY et NICHOLSON (9) . Nous nous intéressons ici aux alliages à précipités incohérents (cas du SAP), dans lesquels, sauf peut-être pour les fortes déformations, les précipités ne se déforment pas avec la matrice.

3.1. Limite élastique. Processus d'OROWAN

Les précipités étant incohérents, les seules contraintes internes dans la matrice proviennent de la différence entre les coefficients de dilatation thermique du précipité et de la matrice. L'effet résultant est en général faible, et l'on peut considérer que la dislocation est ancrée sur les précipités interceptant le plan de glissement : figure 1.3.

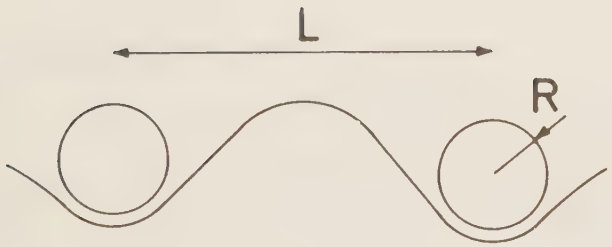

Fig. 1.3. : Ancrage d'une dislocation par des précipités plus durs que la matrice. La dislocation est repoussée au voisinage du précipité par la force image (10).

Pour des précipités de taille petite devant leur distance, R <<L, l'accroissement de limite élastique par rapport au métal pur est, d'après OROWAN (11) :

$$\tau - \tau_m \simeq 2t/bL \qquad (1.11.)$$

où t est la tension de ligne de la dislocation, et b son vecteur de BURGERS.

Cette loi a été vérifiée sur des monocristaux contenant des petits précipités uniformément répartis : GREGORY et al. (12), ASHBY et SMITH (13), DEW-HUGUES et ROBERTSON (14) pour des alliages Al-Cu contenant des précipités Al_2Cu.

Les précipités moins durs que la matrice attirent la dislocation. La dislocation est alors ancrée perpendiculairement à la surface du précipité (FRIEDEL (15)); la loi (1.11.)est encore suivie (COULOMB (16)).

3.2. Déviation

Certains auteurs ont envisagé le franchissement des particules par déviation : HIRSCH (appendice de (17)), KELLY et NICHOLSON (9), ASHBY (18), afin d'expliquer la présence de boucles prismatiques observées dans les alliages Al-Cu et Al-Mg au voisinage des précipités.

La figure 1.4. représente un tel processus :

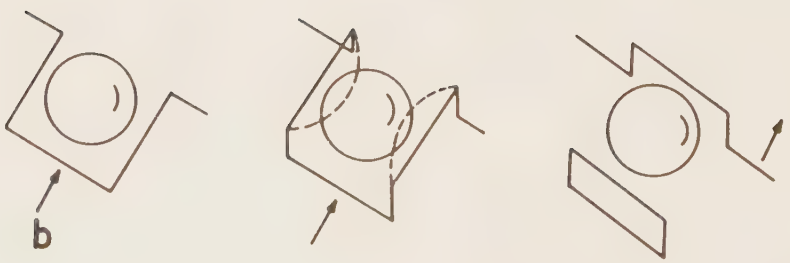

Fig. 1.4. : Formation d'une boucle prismatique lors du franchissement d'un précipité par déviation. (9).

Les parties vis de la dislocation appliquée contre le précipité, sous l'action des concentrations de contraintes alors importantes, changent de plan de glissement, puis s'annihilent en laissant une boucle prismatique et des crans sur la ligne de dislocation. Ces boucles, pouvant se présenter également sous forme de dipôles, peuvent évidemment durcir le cristal.

Bien que les mises en évidence au microscope électronique des boucles soient nombreuses, il ne semble pas que ce processus gouverne directement la limite élastique (19).

3.3. Durcissement

3.3.1. Durcissement de FISHER, HART, PRY (20)

Ces auteurs considèrent que les dislocations émises par une source de Frank-Read sont confinées dans leur plan de glissement et franchissent les particules coupant leur plan de glissement par un processus d'OROWAN. A chaque passage les dislocations laissent un anneau autour de la particule, et ces anneaux exercent une contrainte en retour qui durcit le cristal. Enfin, quand le nombre d'anneaux est suffisant pour développer dans le précipité ou dans la matrice environnante des contraintes de l'ordre d'une contrainte critique τ_c, le précipité ou la matrice, cède plastiquement, et l'on a :

$$\Delta\tau \leq 3 f^{3/2} . \tau_c \qquad (1.12)$$

où f est la fraction en volume du précipité.

Pour l'alliage AlCu à 4 % de Cu on calcule ainsi un durcissement maximum en bon accord avec l'expérience (21).

3.3.2. Autre théorie du durcissement

Plusieurs points sont reprochés à la théorie de FISHER, HART et PRY :

a) elle néglige la contribution des anneaux situés dans des plans parallèles au plan de glissement considéré, et surtout l'existence d'autres systèmes de glissement.

b) elle ne permet pas de rendre compte des variations avec la température de la contrainte pour des déformations importantes : en effet cette dernière varie pour les alliages à phase dispersée beaucoup plus rapidement que le module élastique, ce qui est en désaccord avec (1.12).

ASHBY (19) a élaboré une théorie du durcissement en introduisant les boucles prismatiques réparties dans des plans différents et créés par déviation sur les particules suivant le mécanisme 3.2. Il considère que, pour des déformations suffisamment importantes, ces boucles ou dipôles sont en densité supérieure à celle des dislocations dans les plans de glissement. En exprimant la densité des boucles en fonction de la déformation, et en écrivant que la déformation est dès lors contrôlée par la propagation à travers cette "forêt" de boucles, il parvient à une expression du durcissement $\Delta\tau$ en fonction de la déformation en tension ϵ :

$$\Delta\tau = \frac{\mu}{2}\left(\frac{bf\epsilon}{R_s}\right)^{\frac{1}{2}} \qquad (1.13.)$$

où R_s est le rayon planaire moyen des particules. La loi (1.13.) semble assez bien vérifiée pour les monocristaux $Al/CuAl_2$, Cu/BeO, Cu/SiO_2, Cu/Al_2O_3.

Cette analyse rapide de nos connaissances dans le domaine des alliages à phase dispersée montre que l'on s'est jusqu'à présent limité à en expliquer quelques caractéristiques mécaniques, à justifier certaines observations en microscopie électronique. Il est clair cependant que leur étude est loin d'être aussi complète que celle des métaux purs. L'étude des différents mécanismes contrôlant la déformation plastique n'a pas été abordée dans son intégralité.

C H A P I T R E 2

METHODES EXPERIMENTALES

Nous exposons dans ce chapitre les différentes techniques de recherche et les types de mesures mis en oeuvre dans la partie expérimentale du présent travail: essais de fluage et de traction à vitesse constante; microscopie optique et électronique.

1. Essais mécaniques

1.1. Généralités

Les essais mécaniques utilisés sont des essais de fluage et de traction à vitesse constante.

1.1.1. Essais de fluage

Nous avons disposé de machines de fluage ADAMEL à enregistrement électro-mécanique qui permettent d'obtenir directement sur un cylindre tournant les courbes allongement-temps avec une amplification maximum de 500. Les vitesses de fluage du SAP étant faibles, nous avons adapté un capteur inductif, qui permet d'atteindre des amplifications importantes : au déplacement de l'éprouvette est lié le déplacement d'un noyau de ferroxcube à l'intérieur de deux enroulements alimentés à 5 kcycles. La variation de couplage ainsi produite crée une tension différentielle qui est envoyée sur un pont équilibré en phase et amplitude. Le courant de déséquilibre, redressé et amplifié, est reçu sur un enregistreur MECI. L'amplification maximum est théoriquement de 30.000.

Les températures supérieures à l'ambiante sont obtenues en plaçant l'ensemble éprouvette-tiges d'amarrage-extensomètres dans un four à résistance vertical. La température est définie à ± 1° C. Les essais longue durée à haute température entraînent une oxydation superficielle des éprouvettes de SAP, d'où l'installation d'un banc d'argon désoxygénisé annulant pratiquement toute oxydation importante.

Nous n'avons pas équipé les machines pour travailler à basse température.

Les éprouvettes de fluage sont cylindriques, à tête filetée pour l'amarrage, diamètre = 5 mm, longueur utile = 40 mm.

1.1.2. Essais de traction à vitesse constante

Ces essais sont réalisés sur une machine INSTRON-TTCML. L'enregistrement fournit directement les courbes contrainte-déformation apparentes.

Pour les hautes températures, nous utilisons un four à résistance; trois enroulements indépendants permettent de réduire au minimum le gradient de température le long du corps de l'éprouvette. La température est définie à $\pm$ 1°C.

Pour les basses températures, nous avons construit un cryostat fonctionnant en phase gazeuse (22) , qui permet d'atteindre rapidement toute température comprise entre l'ambiante et l'azote liquide. La température est régulée à mieux que $\pm$ 1°C.

Les éprouvettes de traction sont cylindriques, diamètre = 4 mm, longueur utile = 30 mm.

1.2. Détermination de l'énergie d'activation ΔH

Les considérations du paragraphe 1.2., chapitre 1, montrent que l'énergie apparente d'activation peut être déterminée expérimentalement à partir d'essais conventionnels et différentiels :

a - conventionnels : essais standards de fluage ou de traction à vitesse constante, où les conditions expérimentales sont maintenues constantes durant tout l'essai.

b - différentiels : essais pendant lesquels on effectue de petites variations de contrainte, de température ou de vitesse de déformation.

Les essais conventionnels portent sur des éprouvettes différentes, d'où une dispersion inévitable du facteur de structure. Les essais différentiels permettent au contraire, et en général, d'opérer à structure constante : même éprouvette, petites variations quasi instantanées des paramètres expérimentaux.

Trois méthodes ont été appliquées :

1.2.1. Détermination de ΔH à contrainte constante, à partir d'essais conventionnels de traction à vitesse constante

La détermination se fait en deux étapes :

a - détermination de la contrainte de cisaillement τ pour une déformation donnée, en fonction de la température, pour différentes vitesses de déformation $\dot{\epsilon}_i$.

b - du réseau de courbes obtenu, nous déduisons, en se plaçant à contrainte constante, les variations de la vitesse de déformation en fonction de la température : figure 2.1.

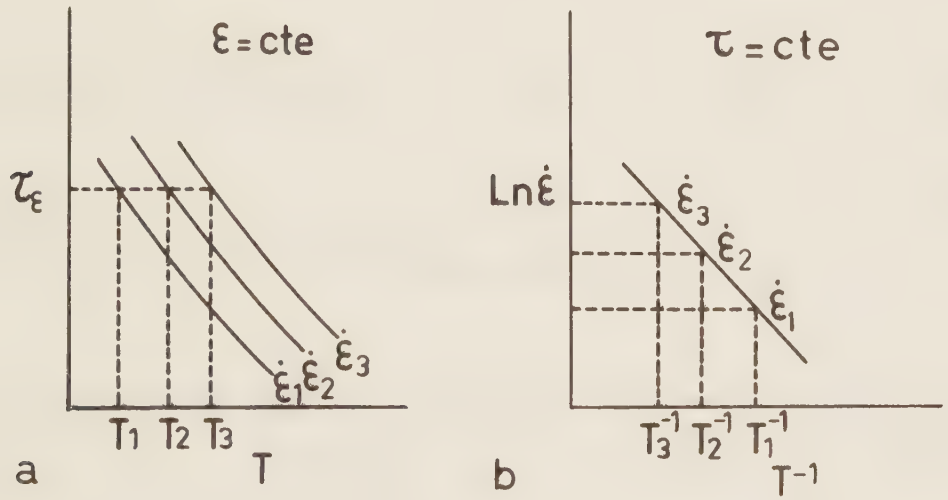

Fig. 2.1. : Détermination de ΔH à partir d'essais conventionnels de traction à vitesse constante.

D'après (1.9.), ΔH est donnée, à déformation et contrainte constantes, par la pente de la courbe 2.1.b. A τ et ϵ constants, on peut espérer conserver une structure constante.

1.2.2. Détermination de ΔH à contrainte constante, à partir d'essais différentiels de fluage (essais du type DORN)

Au cours de l'essai de fluage, à contrainte τ, la température d'essai T_1 est rapidement changée à une valeur voisine $T_2 = T_1 + \Delta T$. Après stabilisation thermique et extrapolation de la vitesse de fluage au-delà de l'intervalle transitoire, on mesure la vitesse de fluage avant ($\dot{\epsilon}_1$) et après ($\dot{\epsilon}_2$) le changement de température : figure 2.2.

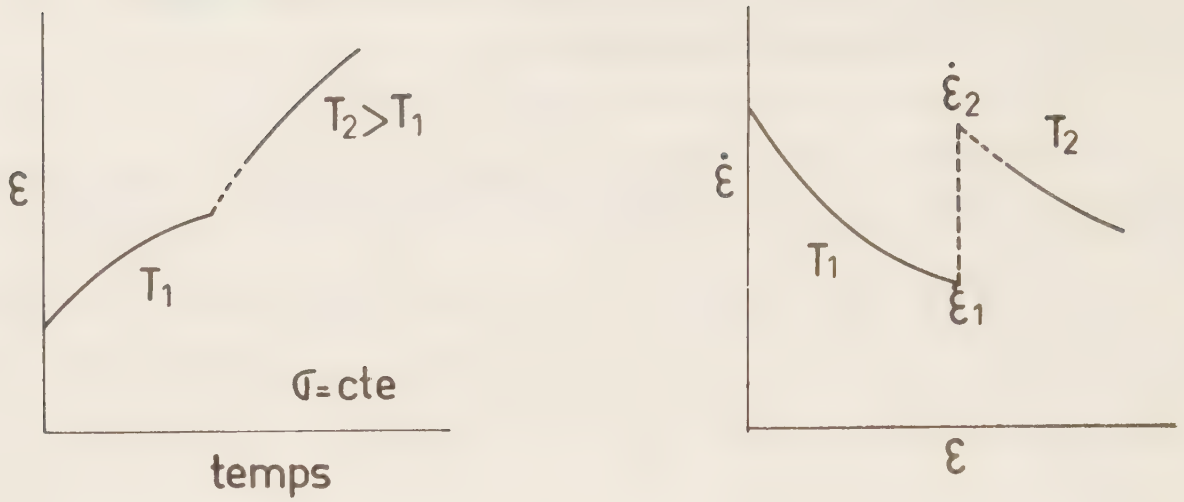

Fig. 2.2. : Détermination de ΔH à partir d'essais différentiels de fluage.

D'après (1.9.) :

$$\Delta H = kT_1 T_2 \frac{Ln\dot{\epsilon}_2/\dot{\epsilon}_1}{\Delta T} \qquad (2.1.)$$

énergie d'activation à contrainte constante, pour une température moyenne Tm, telle que $1/Tm = \frac{1}{2}(1/T_1 + 1/T_2)$.

1.2.3. Détermination de ΔH à vitesse de déformation constante à partir d'essais conventionnels et différentiels de traction à vitesse constante

On utilise (1.10.) :

a - v^* est déterminé à partir d'essais de traction différentiels, effectués à deux vitesses $\dot{\epsilon}_1$ et $\dot{\epsilon}_2$, et à différentes températures (paragraphe 1.3.1.). D'une façon générale, v^* varie avec la déformation ϵ.

b - $(\partial\tau / \partial T)_{\dot{\epsilon}}$ est donné par la pente de la contrainte nécessaire à produire une déformation ϵ donnée, en fonction de la température, et pour une vitesse de déformation $\dot{\epsilon} = (\dot{\epsilon}_1 . \dot{\epsilon}_2)^{1/2}$.

On obtient ΔH à déformation et à vitesse de déformation constantes.

1.3. Détermination du volume d'activation v^*

1.3.1. Détermination de v^* à partir d'essais différentiels de traction à vitesse constante

Un essai est d'abord conduit, pour une température déterminée, à une vitesse de référence $\dot{\epsilon}_1$. Pour une certaine déformation ϵ, nous changeons instantanément la vitesse de traction, qui prend une valeur $\dot{\epsilon}_2$. Il en résulte une variation de contrainte en tension $\Delta\sigma$ (fig. 2.3.). Par application de (1.7.), il vient :

$$v^* = kT\left(\frac{Ln\dot{\epsilon}_2/\dot{\epsilon}_1}{\Delta\tau}\right)_T \simeq 2kT\left(\frac{Ln\dot{\epsilon}_2/\dot{\epsilon}_1}{\Delta\sigma}\right)_T \qquad (2.2.)$$

(la contrainte de cisaillement étant prise égale à la moitié de la contrainte en tension).

Un cyclage entre ces deux vitesses permet d'observer l'influence de la déformation ϵ (ou de la contrainte τ) sur $\Delta\tau$, donc sur v^*.

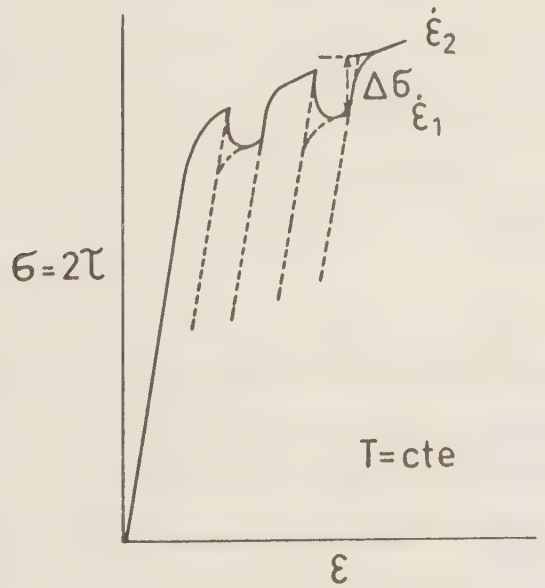

Fig. 2.3. : Essai différentiel de traction.

- en trait plein : sans relaxation de la contrainte.
- en trait pointillé : avec relaxation.

$\Delta\sigma$ est mesuré après extrapolation des courbes $\sigma - \epsilon$ au-delà de l'intervalle transitoire correspondant à la variation de vitesse, et dans le sens $\dot{\epsilon}_1 \rightarrow \dot{\epsilon}_2$ ($\dot{\epsilon}_2 > \dot{\epsilon}_1$) pour éviter tout effet éventuel de revenu. Les mêmes essais, avec relaxation de la contrainte avant changement de la vitesse ont donné des résultats identiques (fig. 2.3.).

On détermine ainsi le volume d'activation, pour une température et une vitesse de traction moyenne $(\dot{\epsilon}_1 . \dot{\epsilon}_2)^{1/2}$ en fonction de la déformation (ou de la contrainte).

1.3.2. Détermination de v^* : autres méthodes

a - v^* peut être tiré du réseau de courbes de la figure 2.1.a. On perd l'avantage d'opérer sur un même échantillon.

b - v^* est accessible à partir d'essais différentiels de fluage avec variation de charge en cours d'essai.

2. Microscopie

2.1. Microscopie optique

A cause de son pouvoir de résolution trop faible, la microscopie optique n'est pas d'une grande utilité dans l'étude structurale des alliages du type SAP : non observation des lignes de glissement, non discernement des grains (taille de l'ordre du μ). Elle peut cependant apporter quelques renseignements sur la répartition d'ensemble de l'alumine, la présence de grosses inclusions ($FeAl_3$) et sur certains aspects de la fracture. DESLOIRE (33) a rassemblé les différentes techniques de préparation des échantillons.

2.2. Microscopie électronique

La microscopie électronique permet d'obtenir des informations directes sur la structure du SAP : aspect et distribution des particules d'alumine, forme et dimensions des grains d'aluminium, configuration des dislocations,...

Les deux techniques de microscopie, par réplique et par transmission, sont utilisables :

2.2.1. Microscopie par réplique

L'observation d'une réplique de la surface d'un échantillon détermine la distribution et la forme des particules d'alumine. Elle a été largement utilisée pour le SAP : GREGORY et GRANT (23) , LENEL et ses collaborateurs (24) .

Deux méthodes de préparation des films d'oxyde donnent de bons résultats :

a - HUG et BICKSEL (25) : l'échantillon est poli mécaniquement puis électrolytiquement dans un bain acide chromique-acide sulfurique à 65-75° C, sous une tension de 10-12 volts (composition du bain : 408 cm^3 H_3PO_4 (d = 1,7) + 78 g. CrO_3 + 67 cm^3 H_2SO_4 conc. + 20 cm^3 H_2O distillée). L'échantillon est ensuite oxydé anodiquement dans un électrolyte contenant 60 g. Na_2HPO_4 + 2 cm^3 H_2SO_4 conc. par litre d'H_2O. La couche d'oxyde obtenue, de 300 Å d'épaisseur pour une tension de bain de 20 V, est détachée du métal par immersion dans une solution saturée de $HgCl_2$. Après lavage, le film est fixé sur la grille porte-échantillon.

b - BONISSONI et PAGANELLI (26) : l'oxydation anodique est effectuée dans une solution de tartrate d'amonium (pH=5,5) sous une tension de 30-35 V. La réplique, après détachement, est lavée pendant 30 minutes dans une solution HCl + HNO_3. Pour le reste, les détails opératoires sont les mêmes que précédemment.

Les particules d'alumine restent en grande partie adhérentes à la réplique, avec une orientation correspondant à leur position préexistante dans la matrice d'aluminium. On peut néanmoins penser que les particules faiblement inclinées par rapport à la surface ont tendance, au cours des divers traitements de détachement du film et de lavage, à être plaquées dans le plan de la réplique.

2.2.2. Microscopie par transmission

2.2.2.1. Généralités

L'observation par transmission des lames minces détermine, outre la forme et la distribution des particules d'oxyde, la structure de la matrice d'aluminium.

L'obtention préliminaire des lames minces est faite par électro-érosion (27) (28) : une lame de 200 μ d'épaisseur est découpée parallèlement au grand axe de l'éprouvette de traction. Le seul écrouissage superficiel ainsi introduit est enlevé par une attaque chimique (bain d'attaque : 470 cm^3 H_3PO_4 (d = 1,7), 30 cm^3 HNO_3 (d = 1,41), 150 cm^3 H_2O distillée à 70-90°C), suivie d'un polissage électrolytique (électrolyte : 84 cm^3 C_2H_5OH, 15 cm^3 $HClO_4$, 1 cm^3 HF, à 2-3°C) sous une tension de 15-20 V. On obtient ainsi une lame mince d'environ 50 μ d'épaisseur.

Cette lame est laquée suivant la "méthode de la fenêtre" (29) et traitée électrolytiquement jusqu'à apparition des trous dans la partie centrale de la fenêtre. Après divers lavages dans l'eau et l'alcool, les bords transparents des trous sont prélevés à l'aide d'une lame de rasoir, et observés par transmission dans un ELMISKOP 1 SIEMENS, sous une tension de 100 kV.

Deux phénomènes peuvent fausser le comptage des particules interceptant un plan donné (plan de la lame) :

a - le polissage électrolytique fait disparaître certaines particules situées dans des conditions d'attaque préférentielle (également valable pour la préparation des répliques)

b - si l'épaisseur de la lame observée par transmission est supérieure à la distance moyenne entre particules, on compte des particules non situées dans le même plan.

Le premier diminue le nombre réel des particules, le second l'augmente.

Des feuilles de SAP trempées ont également été observées; elles sont obtenues par laminage à 25°C, et recristallisées par traitement thermique de 1 heure à 650°C. Les lames de 50 μ ainsi obtenues sont traitées comme précédemment.

2.2.2.2. Densité des dislocations

La densité des dislocations présentes dans l'échantillon observé est obtenue en comptant les points d'intersection des dislocations avec un réseau de droites tracées sur la micrographie. Suivant que la distribution des dislocations est homogène, ou non (enchevêtrement, structure en cellules), les méthodes de KEH (30) ou HAM(31)sont utilisées. L'épaisseur de la lame dans la région observée est déduite des traces de glissement quand celles-ci apparaissent après une longue exposition au faisceau électronique. En l'absence de traces, une épaisseur moyenne de 2.500 Å est utilisée.

Dans l'évaluation de chaque densité, il est tenu compte de la proportion des dislocations hors de contraste, en déterminant la réflexion opérante, ou en utilisant différentes réflexions donnant diverses images de la région observée.

Pour chaque échantillon, la densité est déterminée sur au moins vingt micrographies de différents grains éloignés du bord de la lame mince.

La préparation finale des lames minces, l'observation et la prise des clichés ont été effectuées par RUEDL.

CHAPITRE 3

COMPOSITION ET STRUCTURE DU SAP

Nous donnons dans ce chapitre la composition chimique des SAP utilisés. Nous présentons également la structure du SAP à l'état extrudé; la structure du SAP déformé plastiquement en tension est reportée aux chapitres 4 et 5, en vis-à-vis des mécanismes de déformation considérés.

1. Composition chimique

ISML fournit des SAP à différentes teneurs en alumine, voisines de 4,7,10 et 14 % en poids. Pour des raisons d'homogénéité de la dispersion de l'alumine, les trois premiers ont été retenus.

La teneur en alumine est déterminée par chloruration à 400°C de l'aluminium et gravimétrie du résidu. L'erreur moyenne de détermination (0,3 %)est faible devant l'écart d'inhomogénéité d'un même lot (la dispersion relative peut atteindre 8 %). Les teneurs moyennes sont indiquées dans la table 3.1.

Les impuretés proviennent des poudres d'aluminium de départ et du procédé de fabrication(produits de décomposition du lient organique utilisé pour le broyage des poudres et de l'huile d'extrusion en filière, fer des broyeurs). Les impuretés métalliques sont dosées par spectrographie. Les compositions en impuretéssont indiquées dans la table 3.1., ainsi que celles des aluminiums de pureté 99,5 % et 99 %, utilisés pour les essais comparatifs.

Matériau Lot d'extrusion	désignation	Al_2O_3 (% en poids)	Impuretés (% atomique)						C (% en poids)	H(p.p.m.)
			Fe	Cu	Mn	Mg	Zn	Si		
SAP lot 828	SAP 3,6	3,6	0,087	0,010	0,005	0,16	0,012	0,088	--	3,1
SAP lot 896	SAP 4,5	4,5	0,135	0,010	0,005	0,16	0,012	0,070	0,29	16,0
SAP lot 861	SAP 7,0	7,0	0,120	0,010	0,005	0,16	0,020	0,080	0,27	5,1
SAP lot 1139	SAP 8,3	8,3	0,050	0,013	0,005	0,16	0,029	0,100	0,25	12,0
SAP lot 1051	SAP 11,7	11,7	0,169	0,010	0,005	0,16	0,020	0,030	0,26	27,4
Al 99,5 %	A 5	--	0,100	0,010	0,005	0,166	0,011	0,096	--	--
Al 99,9 %	A 9	--	0,015	--	--	--	< 0,0004	< 0,096	--	--

T a b l e 3.1.

COMPOSITION CHIMIQUE DES MATERIAUX

2. Structure du SAP extrudé

2.1. Phase alumine

La diffraction des rayons X par les résidus de dissolution permet d'identifier la forme cristallographique de l'alumine : alumines de transition γ et χ (32).

On note également la présence de Al_4C_3, et de $FeAl_3$ quand la teneur en fer est suffisamment élevée; $FeAl_3$, qui se présente sous forme de grosses inclusions (dimension de l'ordre du micron), est également mis en évidence à la microsonde de CASTAING, et en microscopie optique par attaque au $K_4Fe(CN)_6$.

Les micrographies optiques 3.1. et 3.2. représentent deux sections, longitudinale et transversale, d'une barre de SAP 4 extrudé : l'alumine est répartie en bandes parallèles à la direction d'extrusion.

Les particules de $FeAl_3$ (1 à 2 μ) sont également alignées suivant la direction d'extrusion (33).

2.1.1. Paramètres structuraux théoriques

Une dispersion de particules est caractérisée par certains paramètres : fraction en volume, taille des particules, distance interparticules.

Dans le cas de dispersions "idéales", c'est-à-dire constituées de particules de taille constante distribuées au hasard, des relations simples entre ces différents paramètres sont alors utilisables. Dans le cas de dispersion au hasard de particules de taille variable, il est nécessaire de combiner ces relations avec les fonctions de distribution des particules, ou de faire une détermination des dimensions moyennes.

2.1.1.1. Dispersion au hasard de particules sphériques de taille constante

Introduisons les symboles suivants :

f : fraction en volume de l'alumine.

N_v : nombre de particules par unité de volume.

N_s : nombre de particules interceptant l'unité de surface d'un plan sécant quelconque.

Fig. 3.1. : Micrographie de SAP 4 extrudé. Section transversale
Attaque HF 0,5 % x 300

Fig. 3.2. : Micrographie de SAP 4 extrudé. Section longitudinale
Attaque HF 0,5 % x 300

Clichés communiqués par M. PIATTI (Ispra)

N_1 : nombre de particules interceptant un segment de droite quelconque de longueur unité.

r_v : rayon des particules.

$\bar{s}$: surface moyenne d'intersection des particules par un plan sécant quelconque.

$\bar{r}_s$: rayon moyen d'intersection des particules par un plan sécant quelconque.

$\bar{l}$: longueur moyenne d'intersection des particules par une droite sécante quelconque.

On a entre ces différentes grandeurs les relations suivantes :

$$f = N_v \cdot \frac{4}{3} \Pi r_v^3 = N_s \cdot \bar{s} = N_l \bar{l}$$

D'après FULLMAN (34) :

$$N_s = N_v \cdot 2r_v$$
$$N_l = N_v \cdot \Pi r_v$$

D'où :

$$\bar{s} = \Pi \bar{r}_s^2 = \frac{2}{3} \Pi r_v^2$$
$$\bar{l} = \frac{4}{3} r_v$$

Le libre parcours moyen entre particules, λ, est défini comme la séparation moyenne des particules le long d'une droite quelconque. On a évidemment :

$$\lambda = \frac{1-f}{N_l}$$

Introduisons la distance moyenne inter-centres de particules plus proches voisines dans un plan sécant quelconque. Associons à chaque particule un cercle d'influence de rayon $\bar{R}_s$, tel que $N_s = 1/\Pi \bar{R}_s^2$. Comme d'autre part $N_s \cdot \Pi \bar{r}_s^2 = f$, on a $\bar{r}_s^2 / \bar{R}_s^2 = f$.

La distance planaire moyenne inter-centres est approximativement égale à $2\bar{R}_s$, et s'écrit donc :

$$2\bar{R}_s = \left(\frac{4}{f}\right)^{1/2} \cdot \bar{r}_s \qquad (3.1.)$$

2.1.1.2. Dispersion au hasard de plaquettes de taille constante

FULLMAN (34) a calculé $\bar{s}$ et $\bar{l}$ dans le cas de particules se présentant sous forme de plaques circulaires de rayon r et d'épaisseur e :

Si $r >> e$:

$$\bar{s} = 2re$$
$$\bar{l} = 2e$$

(3.1.) devient :

$$2\bar{R}_s = (8re / \Pi f)^{1/2} \qquad (3.2.)$$

2.1.2. Paramètres structuraux du SAP

Les microscopies électroniques par réplique ou transmission permettent de calculer les paramètres structuraux à partir de la détermination de N_s, N_l ou des dimensions des particules.

Ces déterminations sont affectées d'une erreur systématique pour les raisons invoquées au chapitre 2; d'autre part les particules trop petites se trouvent hors de contraste d'épaisseur : les particules de taille inférieure à environ 150 Å sont indiscernables en transmission.

Enfin, la dispersion des particules d'alumine dans le SAP, n'est pas "idéale", fig. 3.3. et 3.4. :

a - les dimensions des particules ne sont pas constantes et constituent un spectre étalé. Le nombre des particules n'augmente pas proportionnellement à la teneur en alumine, leurs dimensions augmentant également.

b - la dispersion est très inhomogène, on observe la présence d'amas et de régions pauvres en oxyde. Le nombre et la dimension des amas augmentent avec la teneur en oxyde.

Fig. 3.3. : SAP 4 extrudé. Réplique d'oxyde anodique. Section transversale.

Fig. 3.4. : SAP 10 extrudé. Réplique d'oxyde anodique. Section transversale.
Clichés communiqués par M. PAGANELLI (ISML).

2.1.2.1. Aspect des particules

Les particules d'alumine se présentent sous forme de plaquettes assez irrégulières. Leurs dimensions linéaires varient entre 200 et 2.000 Å . Leur épaisseur est voisine de 200 ± 50 Å . Leur plus grande dimension est en général parallèle à la direction d'extrusion.

On les assimilera par la suite à des plaquettes circulaires.

2.1.2.2. Distance moyenne planaire inter-centres

Nous avons :

$$2\,\bar{R}_s = (4/\pi N_s)^{1/2} \qquad (3.3.)$$

indépendante de la forme des particules. N_s est le nombre des particules par unité de surface du plan de la réplique ou de la lame mince.

La détermination de $2\,\bar{R}_s$ à partir de N_l nécessite la connaissance de certaines dimensions des particules; suivant qu'il s'agit de sphères ou de plaques circulaires, nous avons :

$$2\,\bar{R}_s \simeq (2\,r_v)^{1/2} \; (N_l)^{-1/2}$$

$$2\,\bar{R}_s \simeq (4\,r)^{1/2} \; (\pi N_l)^{-1/2} \qquad (3.4.)$$

On peut aussi obtenir $2\,\bar{R}_s$ à partir de (3.2.). f est déterminé par analyse chimique.

Etant donné le fort étalement des dimensions des particules il est judicieux de déterminer $2\,\bar{R}_s$ à partir de la mesure de N_s, en utilisant (3.3.). En reportant la valeur ainsi trouvée dans (3.4.), et en mesurant N_l, on calcule une valeur moyenne de r.

L'évaluation de N_s et N_l a été tentée pour le SAP 4. Elle est rendue difficile par l'inhomogénéité de la dispersion, principalement par la présence des amas de plaquettes. Les formules précédentes ne sont applicables que dans les régions où l'homogénéité est respectée, c'est-à-dire où le nombre des amas est faible.

Les comptages de N_s et N_l, effectués sur des répliques de différents échantillons observés dans leur section transversale (35) sont reportés en annexe 2.

On trouve $N_s = 2{,}9.10^9/cm^2$ et $N_l = 2{,}5.10^4/cm$; on en déduit :

$$2\,\bar{R}_s = 2080\ \text{Å} \quad \text{et} \quad \bar{r} = 860\ \text{Å}$$

2.1.2.3. Variations des paramètres structuraux avec la teneur en alumine

Le précédent comptage n'a pas été répété pour les SAP 7 et 10 : l'hétérogénéité de la dispersion devient trop grande pour que l'évaluation de N_s et N_l garde un sens.

Nous avons déjà noté que le nombre et les dimensions des amas augmentaient avec la teneur en oxyde, ainsi que les dimensions des particules.

Nous donnons des valeurs moyennes très approchées de $2\overline{R}_s$, dans des régions de dispersion relativement homogène : on applique (3.5.), d'après (3.2.), en supposant l'épaisseur des plaquettes constante :

$$2\overline{R}_s = \overline{2R}_{so}\left(\frac{\overline{r}f_o}{\overline{r}_o f}\right)^{1/2} \qquad (3.5.)$$

où l'indice o est relatif au SAP 4. $\overline{r}$ et $\overline{r}_o$ sont mesurés directement sur répliques. f est déterminé par analyse chimique. $2\overline{R}_{so}$ = 2080 Å. L'erreur réside en ce que la teneur nominale f est supérieure à celle des régions de dispersion homogène où (3.5.) est valable.

Les valeurs des paramètres structuraux obtenus sont reportées dans la table 3.2. Les difficultés rencontrées en cours de détermination nous amènent à les consulter avec réserve.

2.2. Structure de la matrice d'aluminium

2.2.1. Dimension des grains

La microscopie par transmission révèle la structure en grains de la matrice d'aluminium. La comparaison entre des sections transversale et longitudinale montre que les grains sont en général allongés suivant la direction d'extrusion, fig.4.14, et de taille moyenne 2 x 5 μ . PAGANELLI (36) donne comme dimension moyenne dans la section transversale 1 μ, 0,7 μ , et 0,43 μ pour les SAP 4, 7 et 10, dans des régions où les particules d'alumine sont dispersées d'une manière relativement homogène.

Il n'y a pas de répartition préférentielle des particules d'alumine qui sont tant sur les joints qu'à l'intérieur des grains (fig. 4.14.et suivantes).

Matériau	f(%)	N_s (cm^{-2})	N_l (cm^{-1})	2 $\bar{r}$ (Å)	2 $\bar{R}_s$ (Å)
SAP 4	2,75	29.10^8 (1)	$2,50 . 10^4$ (1)	1.000 (1)	2.080 (2)
SAP 7	4,85	38.10^9 (4)	$2,56 . 10^4$ (5)	1.350 (1)	1.820 (3)
SAP 10	7,00	47.10^9 (4)	$3,60 . 10^4$ (5)	1.540 (1)	1.620 (3)

Table 3.2.

PARAMETRES STRUCTURAUX DU SAP

(1) détermination directe (répliques)

(2) calculé à partir de N_s par (3.3.)

(3) calculé à partir de $\bar{r}$ et f par (3.5.)

(4) calculé à partir de 2 $\bar{R}_s$ par (3.3.)

(5) calculé à partir de 2 $\bar{R}_s$ et $\bar{r}$ par (3.4.)

2.2.2. Texture

La diffraction des rayons X révèle une légère texture de fibre [111] , la direction [111] des grains d'aluminium étant parallèle à la direction d'extrusion (33).

L'orientation [100] est pratiquement absente. La texture [111] diminue avec la teneur en alumine croissante.

2.2.3. Dislocations

La distribution et la densité des dislocations sont analysées aux chapitres 4 et 5.

2.3. Interface alumine-aluminium

RUEDL (37) a étudié par microscopie et diffraction électroniques l'origine des champs de déformation présents autour des particules d'alumine, quand on refroidit de 640°C à l'ambiante des échantillons de SAP (laminés, les échantillons recristallisent) :

a - pour les feuilles trempées, ces déformations sont si importantes autour des grandes particules d'alumine, qu'elles sont relaxées plastiquement dans la matrice d'aluminium avec nucléation de dislocations à l'interface : fig. 3.5.

b - pour les feuilles refroidies plus lentement, des champs de déformation bien définis sont observés, fig. 3.6., et sont analysables par la méthode d'ASHBY et BROWN (38) dans le cas des particules de petites dimensions qui possèdent des champs de déformation à symétrie sphérique. Ces déformations peuvent être à priori soit des effets d'une cohérence alumine-aluminium, soit des effets de contraction différentielle thermique. La déformation ϵ maximum calculée à partir des coefficients de dilatation de l'alumine γ et de l'aluminium, après refroidissement à partir de 640°C, est d'environ + 0,012, l'aluminium se contractant davantage que l'alumine; cette valeur est en bon accord avec celle mesurée à partir des effets de contraste : + 0,01 ($\pm$ 0,004).

c - les grandes particules d'alumine (taille > 0,1 μ), dont le champ de déformation n'est pas à symétrie sphérique, peuvent par contre servir à établir des diagrammes de diffraction électronique. RUEDL trouve ainsi que les plaquettes sont

Fig. 3.5. : Feuille de SAP trempée à partir de 640° C. Des dislocations sont nuclées autour des grandes particules d'alumine.

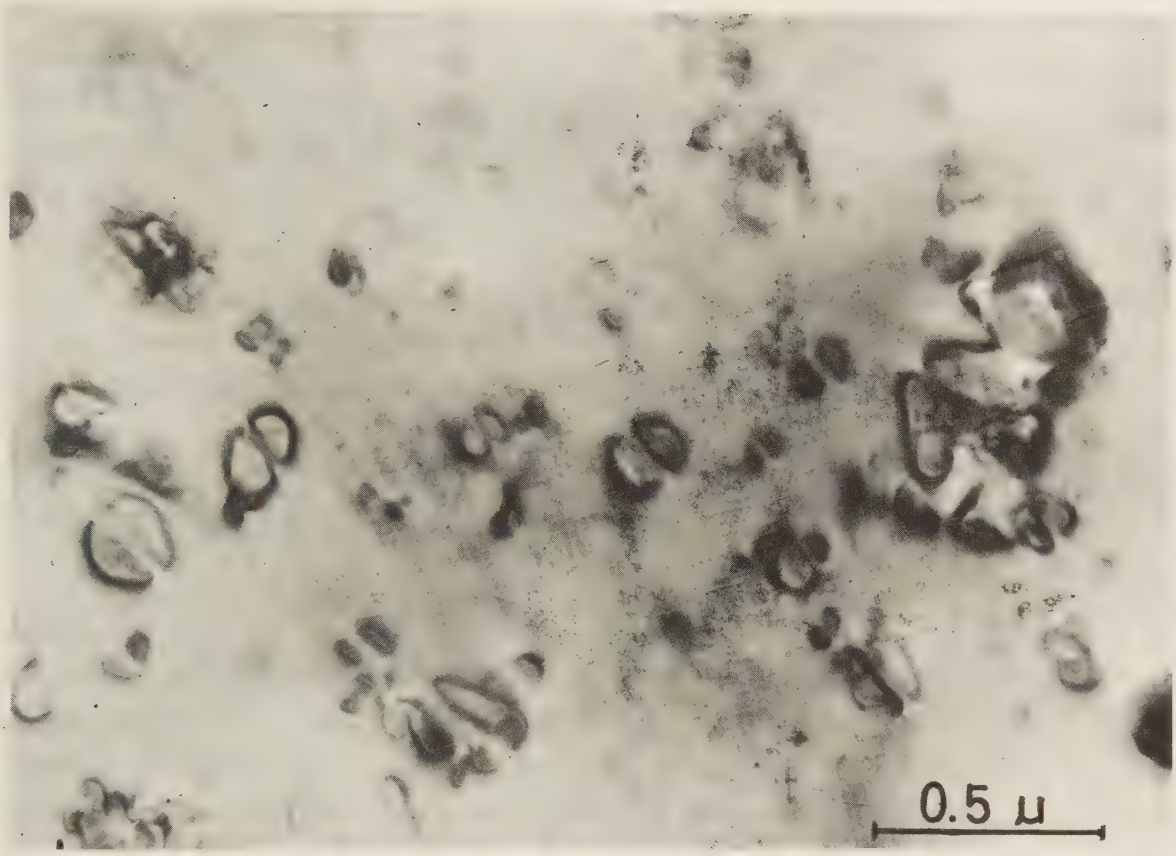

Fig. 3.6. : Feuille de SAP refroidie lentement à partir de 640° C. Par inclinaison de la feuille, des effets de contraste de "déformation" deviennent visibles; ils sont constitués de deux lobes symétriques par rapport à une ligne de non-contraste, elle-même perpendiculaire à la direction du vecteur de réflexion.

des monocristaux de structure cubique dont les faces de base, (111) ou (100), sont approximativement parallèles au plan de la feuille (conséquence du laminage), mais orientées au hasard par rapport à la normale à ce plan; dans ces conditions des relations structurales ne sont que très occasionnellement satisfaites. Dans le cas où les relations :

$$(001)_{Al} \;//\; (001)_{Al_2O_3}$$
$$[100]_{Al} \;//\; [100]_{Al_2O_3}$$

sont effectives, des dislocations d'épitaxie ne sont pas observées; si l'on considère alors la combinaison de plans la plus probable pouvant conduire à la cohérence, un plan $(001)_{Al_2O_3}$ pour deux plans $(001)_{Al}$ on calcule une déformation $\epsilon \simeq -0{,}02$, en désaccord avec le résultat précédent.

d - en conclusion la dilatation thermique des réseaux aluminium-alumine explique bien les effets de contraste. Une cohérence partielle, pouvant en principe se produire très rarement, n'est en fait pas observée. Il est raisonnable dans ces conditions de conclure en l'absence de cohérence à l'interface aluminium-alumine. Ce résultat est valable pour le SAP extrudé, où l'orientation des particules est davantage au hasard. Il est donc à prévoir que les particules d'alumine ne seront pas cisaillées par les dislocations.

Le champ de contrainte, dans le SAP extrudé n'ayant subi ni laminage, ni traitement thermique à 640° C, est plus faible et est observé occasionnellement.

3. Stabilité

Les effets de l'écrouissage et d'un recuit ultérieur sur les propriétés mécaniques du SAP et d'alliages à phase dispersée apparentés ont été étudiés par de nombreux auteurs (39-41) ; la résistance du SAP à la recristallisation et à la croissance des grains, le faible accroissement de dureté après écrouissage ont ainsi été remarqués.

Nous donnons ici des résultats concernant la stabilité du SAP utilisé dans ce travail, c'est-à-dire ne possédant pour écrouissage que celui dû à l'extrusion de fabrication.

3.1. Stabilité thermique de l'alumine

L'énergie libre de formation élevée de l'alumine en laisse prévoir la grande stabilité thermique. L'examen au microscope électronique d'échantillons de SAP extrudé, traités thermiquement jusqu'à des températures atteignant 650° C, révèle une dispersion de l'alumine inchangée, tant par les dimensions et la distribution des particules, que par la nature cristallographique de l'alumine. Des traitements thermiques à des températures supérieures au point de fusion de la matrice sont nécessaires pour modifier la structure de l'alumine (32) ; il semble alors que le grossissement de la dispersion observé soit lié à la transformation $\gamma \rightarrow \alpha$ de l'alumine.

3.2. Stabilité thermique de la matrice

Si l'on songe que les particules d'alumine sont autant d'obstacles au déplacement des dislocations et des joints, les résultats précédents permettent d'espérer également une bonne stabilité thermique de la matrice d'aluminium. La stabilité globale de la structure du SAP extrudé a été contrôlée par examen en microscopie électronique par transmission, par mesure de la dureté BRINELL et des caractéristiques mécaniques en traction, après traitement et cyclage thermiques (l'appareillage de cyclage thermique et les détails opératoires ont été décrits par nous par ailleurs (42)). Les résultats suivants sont obtenus :

a - des recuits thermiques de 3 heures, à 600 et 650°C, ne modifient pas les dimensions moyennes des grains. On note une diminution de la densité des dislocations à l'intérieur des grains. On ne constate en aucun cas le phénomène de recristallisation.

Après traitement thermique de 3 heures à 650° C, la dureté BRINELL ne subit qu'une très faible diminution (36) , au maximum de l'ordre de 3 à 4 %.

Un tel traitement thermique est équivalent aux effets maxima que peut avoir le temps de chauffe d'une éprouvette pour un essai mécanique à haute température. On peut donc considérer que nos conditions expérimentales sont telles que la structure du SAP reste stable avant toute déformation effectuée tant en fluage qu'en traction, un léger revenu pouvant éventuellement se produire à très haute température.

b - 1.000 cycles thermiques entre 30 et 500° C, ainsi qu'un traitement thermique de 100 heures à 500° C, ne modifient pratiquement pas la limite élastique à 0,2 %, la contrainte à la rupture et la ductilité des SAP 4, 7 et 10. On peut penser que l'isotropie du SAP, consécutive à une texture moins marquée que pour les alliages d'aluminium classiques, conduit à des effets de cyclage thermique moindres.

La structure du SAP extrudé est donc remarquablement stable. La stabilité de la phase alumine, en général commune aux phases dispersées d'oxyde, thermodynamiquement plus stables que les composés intermétalliques par exemple, assure finalement la stabilité globale de l'alliage. Il est extrêmement difficile de déplacer le durcissement introduit par la déformation en cours du processus de fabrication. La recristallisation n'est possible que pour les alliages contenant une faible teneur en alumine (inférieure à 6 % en poids), nécessite un très fort écrouissage (90 % en laminage) et des recuits à des températures très élevées (quelques heures à 620° C).

CHAPITRE 4

LES PROCESSUS DE DEFORMATION PLASTIQUE DU SAP A BASSE TEMPERATURE

(de -196° C à l'ambiante)

Les méthodes expérimentales exposées au chapitre 2 sont appliquées à l'étude des mécanismes réglant la déformation plastique du SAP.

L'étude est divisée en deux chapitres. On traite au chapitre 4 la plasticité à basse température (de -196° C à l'ambiante), au chapitre 5 la plasticité à haute température (de l'ambiante à 658° C). Les processus de déformation y sont essentiellement différents.

A basse température, on analyse les variations avec la température de la contrainte pour créer une déformation donnée. On mesure d'autre part l'énergie et les volumes d'activation, et l'on déduit de ces derniers les interactions élastiques entre une dislocation mobile et un arbre répulsif. On montre ainsi que le processus de traversée de forêt règle les faibles déformations. D'autres mécanismes, déviation et auto-diffusion, interviennent à forte déformation.

L'intégralité des résultats expérimentaux concernant le chapitre 4 est publiée dans (43).

1. Allure générale des courbes de traction

Pour des raisons de disponibilité d'un même lot d'extrusion on s'est limité aux SAP 4,5 et 11,7 ,A5 et A9. Les éprouvettes de SAP subissent avant l'essai mécanique un traitement thermique standard (2 heures à 500° C) qui n'altère ni la dispersion de l'alumine, ni la dimension des grains. Les deux grades d'aluminium ont été conservés à l'état extrudé, ils n'ont subi aucun traitement thermique préalable; la taille moyenne des grains, déterminée par microscopie optique, est respectivement de 200μ et 300μ pour les A5 et A9.

Des essais conventionnels de traction à vitesse constante, nous tirons les courbes $\tau - \epsilon$, contrainte de cisaillement vraie - déformation vraie (la contrainte de cisaillement est prise égale à la moitié de la contrainte en tension, $\tau = \sigma / 2$).

La figure 4.1. représente les courbes $\tau - \epsilon$ pour les SAP 11,7 et 4,5 et l'aluminium A5, à -196° C et -10° C.

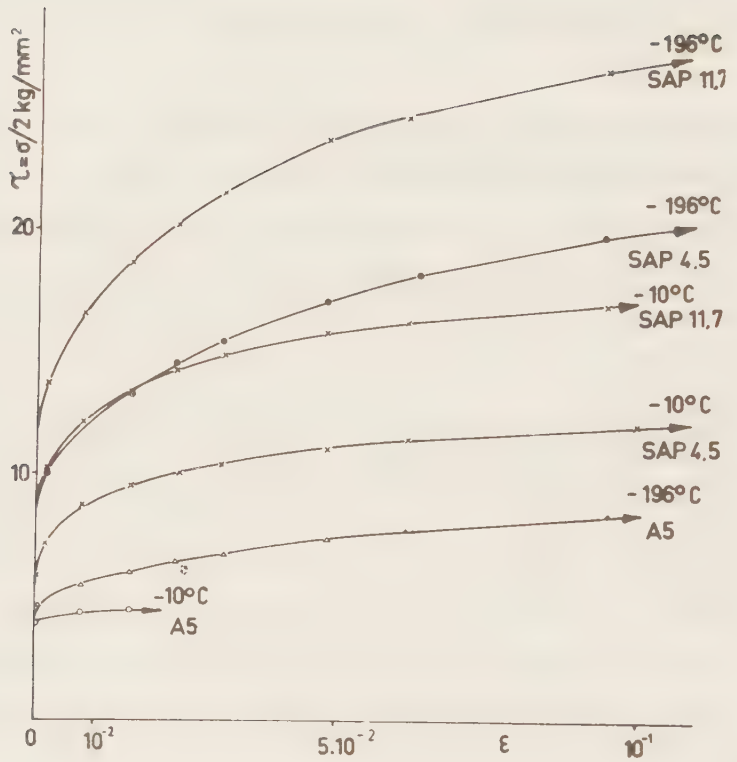

Fig. 4.1. : Courbes $\tau - \varepsilon$. SAP 11,7, SAP 4,5 et Aluminium A5
$\dot{\varepsilon} = 2,7 \cdot 10^{-4}\ s^{-1}$.

A faibles déformations, le durcissement d'écrouissage du SAP est supérieur à celui de l'aluminium polycristallin. Le durcissement dépend également fortement de la température. Ces observations sont analogues à celles d'ASHBY sur monocristaux d'alliages Cu/Al_2O_3 et Cu/BeO (19) . Nous retrouvons à cet égard l'allure générale des courbes contrainte-déformation des alliages à inclusions incohérentes, ne se déformant pas avec la matrice. Pour des solutions solides et alliages à inclusions cohérentes se déformant avec la matrice, les courbes contrainte - déformation

auraient l'allure indiquée sur la figure 4.2. : les alliages vieillis et trempés présentent des courbes de même allure que Cu pur, différant seulement par l'amplitude de la contrainte; le durcissement d'écrouissage n'est alors pas affecté par le vieillissement, qui donne des précipités cohérents.

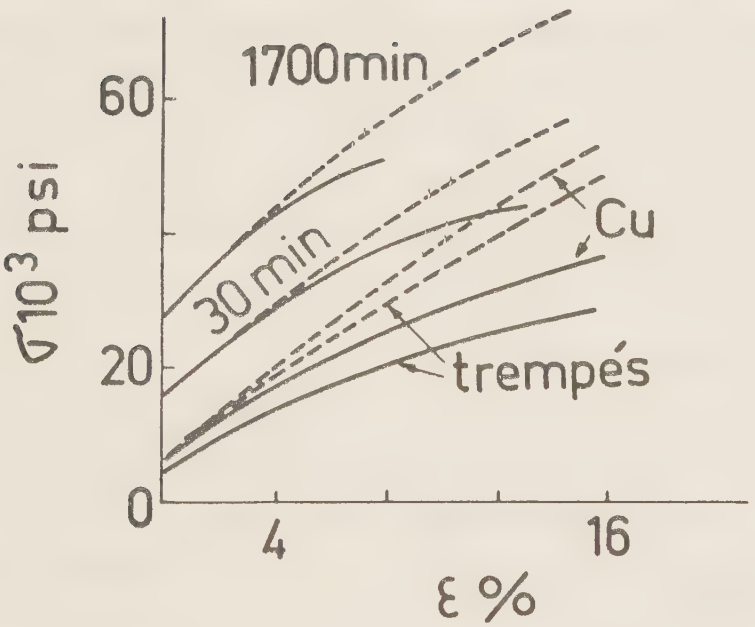

Fig. 4.2. : Courbes $\tau - \epsilon$ des alliages Cu - 2 % Co trempés, et après vieillissement à 600° C pour les temps indiqués (d'après CARREKER et HIBBARD (44)) . Les courbes en trait plein sont obtenues à 300° K, les courbes en pointillé à 77° K.

2. Variation avec la température de la contrainte pour une déformation donnée

Des courbes $\tau - \epsilon$, nous déduisons les variations de $\tau(\epsilon)$ avec la température, pour différentes déformations ϵ. Les figures 4.3. à 4.5. représentent les variations $\tau/\mu - T$, à six déformations différentes, pour les SAP 11,7 et 4,5, et A5. Le module de cisaillement de l'aluminium, μ, a été calculé d'après les valeurs de SUTTON (45) :

$$\left(\mu = \left[\frac{1}{2} C_{44} (C_{11} - C_{12}) \right]^{1/2} \right)$$

La figure 4.6. représente les variations $\tau / \mu - T$, à $\epsilon = 2.10^{-3}$, pour les SAP 11,7 et 4,5, A5 et A9.

Pour les faibles déformations dans le cas du SAP, quelle que soit la déformation dans le cas de l'aluminium, $\tau/\mu - T$, à basse température, a même allure que la partie AC de la courbe de la figure 1.1. : τ/μ décroit pratiquement linéairement jusqu'à une température critique, au-delà de laquelle τ varie comme le module de cisaillement.

De telles variations sont expliquées dans l'aluminium pur par un processus de forêt. Revenons sur cette théorie.

2.1. Théorie de la forêt

Dans les métaux purs, le déplacement des dislocations mobiles dans leur plan de glissement peut être gêné, d'une part par les contraintes internes à longue distance provenant des dislocations ne perçant pas le plan de glissement, d'autre part par les dislocations perçant le plan de glissement (arbres), qui constituent des obstacles à courte distance.

Il semble que l'on puisse négliger la force de PEIERLS-NABARRO, faible dans le cas de l'aluminium.

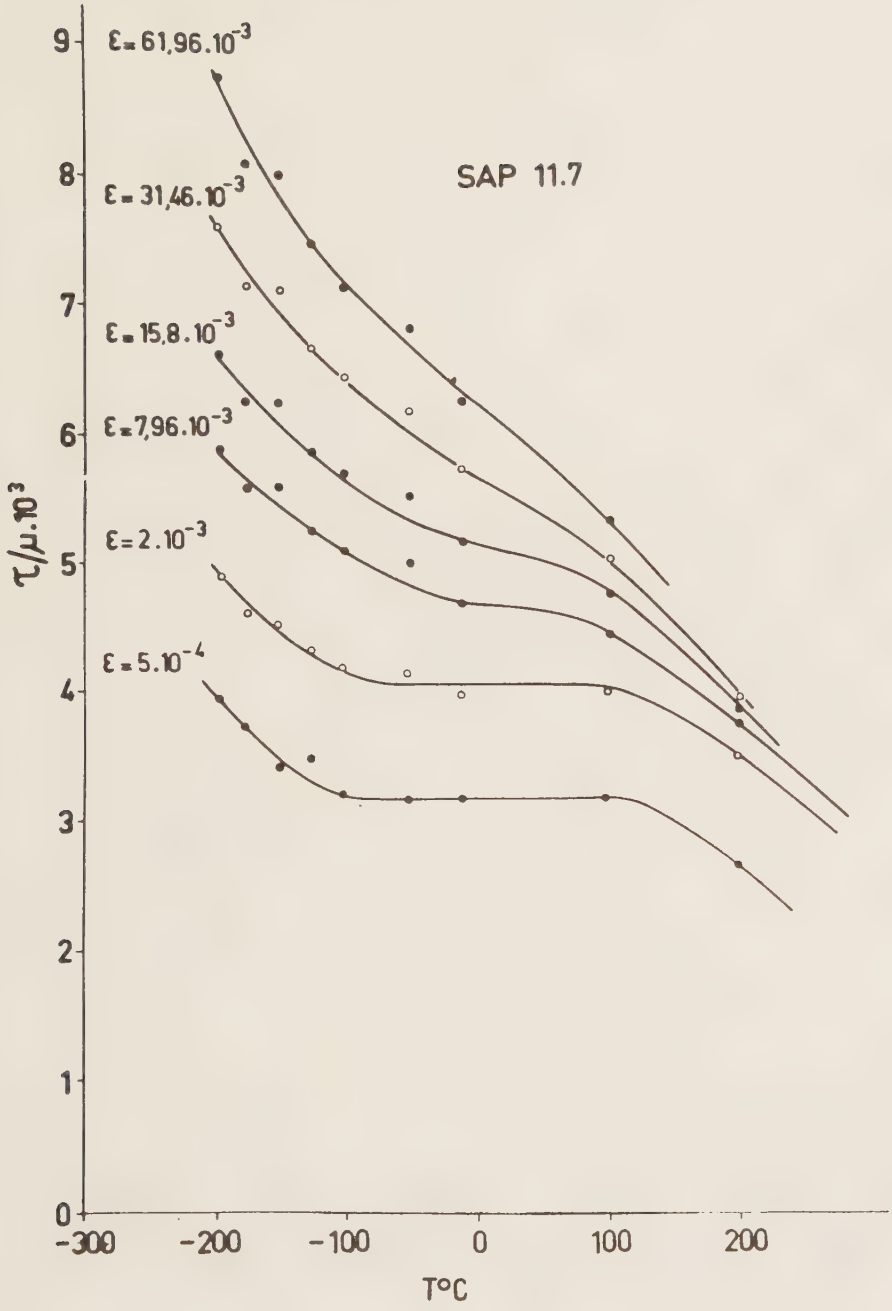

Fig. 4.3. : τ / μ - T . SAP 11,7 .

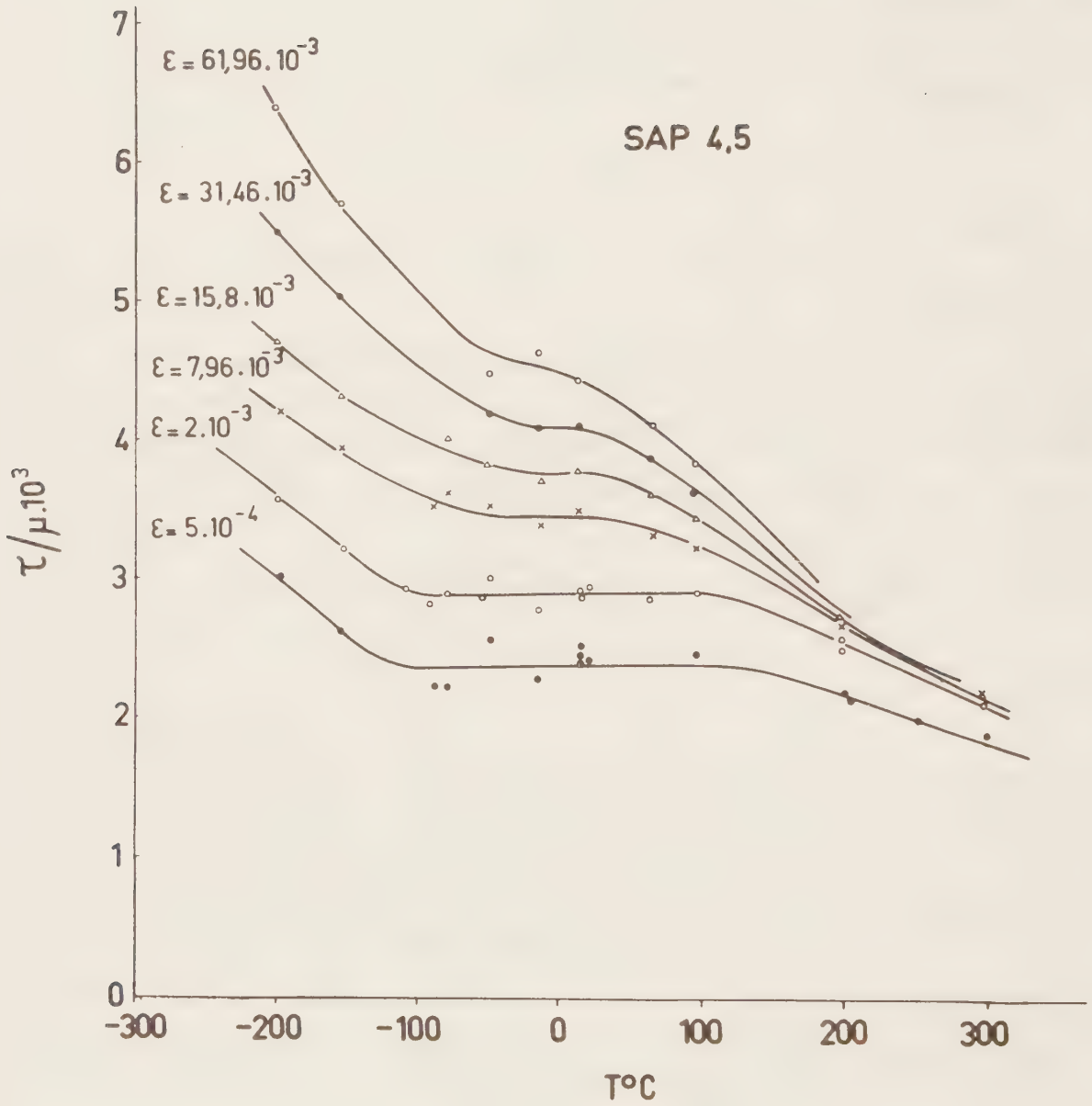

Fig. 4.4. : τ / μ - T . SAP 4,5.

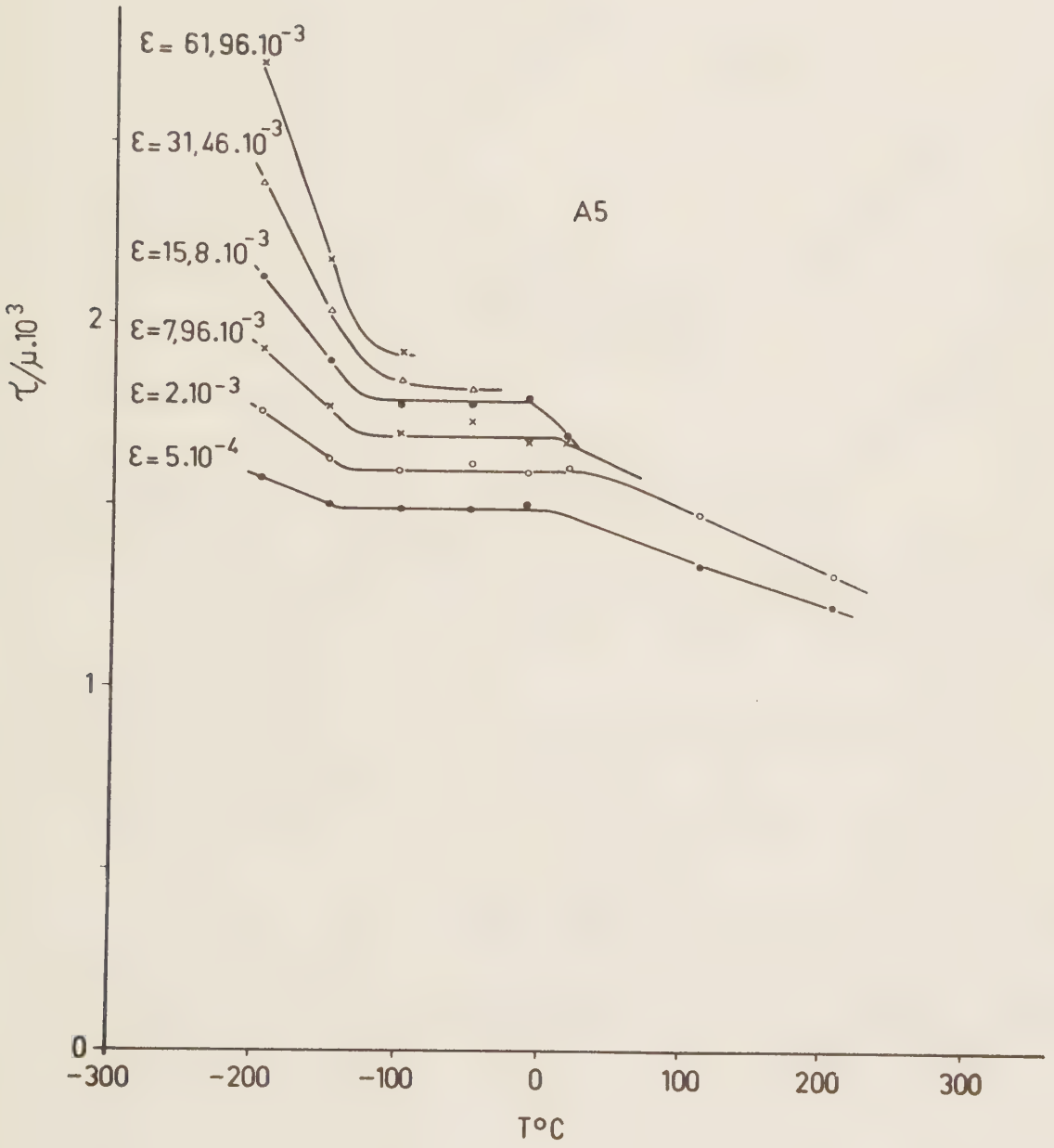

Fig. 4.5. : τ / μ - T . A5

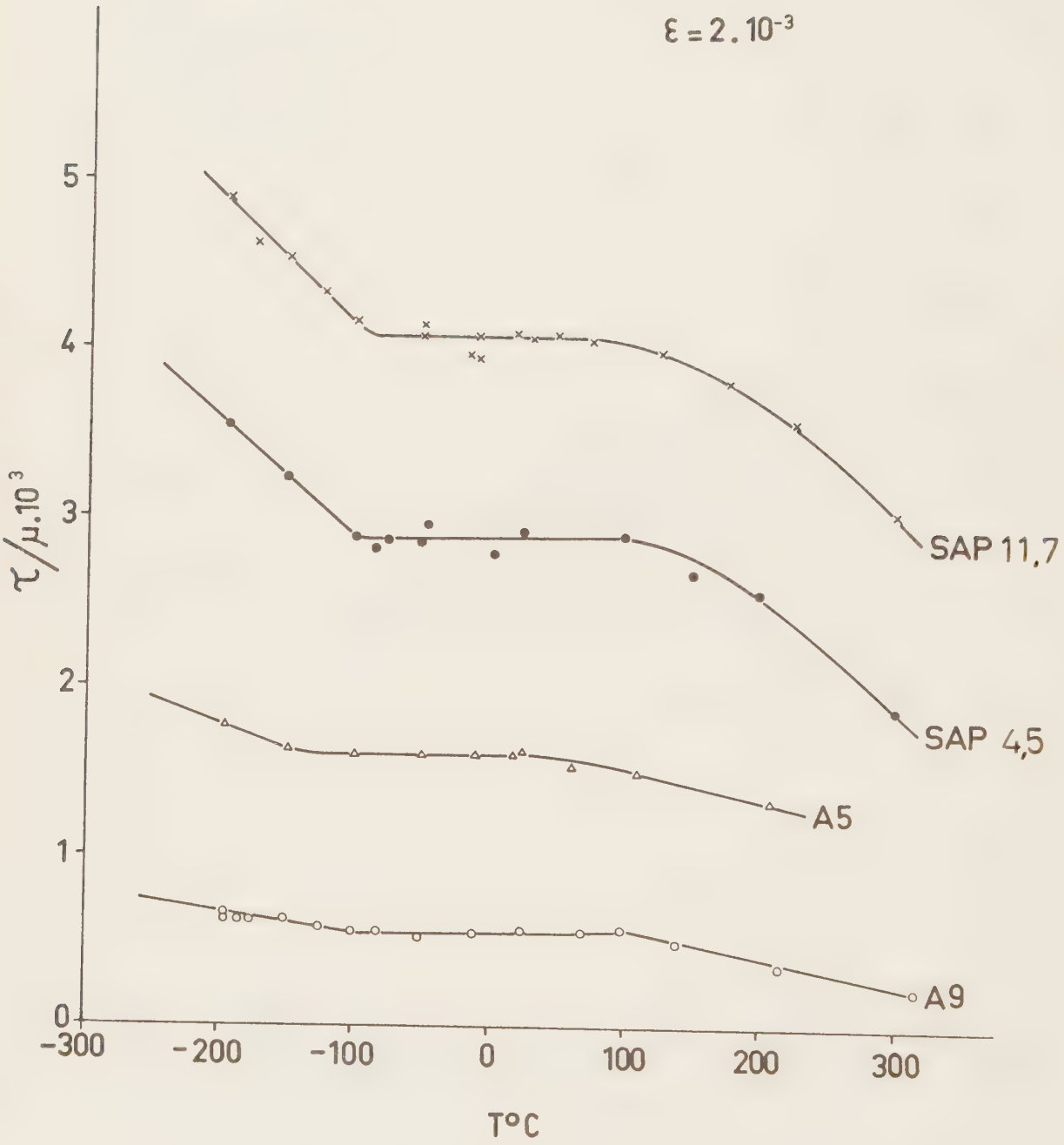

Fig. 4.6. : τ / μ - T. $\varepsilon = 2 \cdot 10^{-3}$. SAP 11,7 et 4,5 . A5 et A9.

SEEGER (46) , FRIEDEL (47)ont montré qu'au cours du passage de cette forêt de dislocation, la vitesse de déformation, thermiquement activée, prenait la forme :

$$\dot{\varepsilon} = \rho_D \alpha b^2 D^{-2} \nu_D \exp\left[-\left(2U_{fo} - \tau_e bDd\right)/kT\right] \qquad (4.1.)$$

où :

ρ_D = densité des dislocations mobiles

α = aire moyenne balayée entre deux obstacles

b = vecteur de BURGERS de la dislocation mobile

D = distance moyenne entre arbres

ν_D = fréquence de DEBYE

$2U_{fo}$ = énergie de formation d'une paire de crans

$\tau_e = \tau - \tau_i$ = contrainte effective, différence entre la contrainte appliquée et la contrainte due à l'interaction élastique des dislocations.

d = largeur des dislocations

On déduit les équations :

$$\tau = \tau_i + (\tau_M - \tau_i)(1 - T/To) \qquad \text{pour } T \leqslant To$$
$$\tau = \tau_i \qquad \text{pour } T \geqslant To \qquad (4.2.)$$

avec :

$$\tau_M - \tau_i = 2U_{fo}/Dbd \qquad (4.3.)$$

$$To = 2U_{fo}/kLn\left(\rho_D \alpha b^2 D^{-2} \nu_D \dot{\varepsilon}^{-1}\right) \qquad (4.4.)$$

(4.2.) est représentée graphiquement sur la figure 4.7.

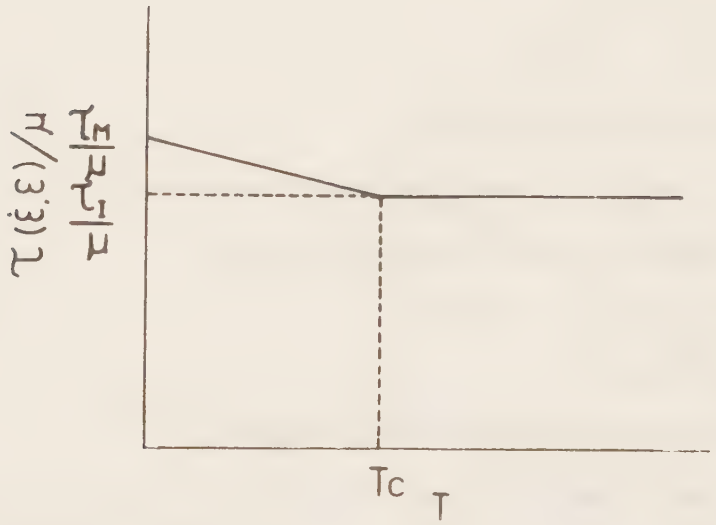

Fig. 4.7. : Variation théorique de la contrainte pour une déformation donnée avec la température, d'après le processus de forêt.

Dans la structure c.f.c. les dislocations mobiles interagissent élastiquement avec les arbres non perpendiculaires à leur plan de glissement (48). Suivant leur orientation relative et leurs vecteurs de BURGERS, les arbres attirent ou repoussent les dislocations mobiles. SAADA (49) a étudié en détail ces interactions et son modèle lui permet de préciser certains points de la précédente théorie : la contrainte τ_i , indépendante de la température, est essentiellement due à une réaction de jonction avec les arbres attractifs qui stabilise le système. La contrainte interne résultante s'exprime en fonction de la taille l du réseau de FRANK :

$$\tau_i = \mu b / \beta l \qquad (4.5.)$$

où μ est le module de cisaillement et β une constante numérique qui dans le système c.f.c. est en moyenne de l'ordre de 4.

La contrainte τ (T), dépendant de la température, correspond à l'activation thermique des crans formés au cours du passage des arbres répulsifs. Comme il y a en moyenne autant d'arbres répulsifs que d'arbres attractifs, et comme la longueur des boucles mobiles est fixée par les arbres attractifs, la distance D intervenant dans (4.1.) doit au plus être prise égale à $D = 0,5\ D_a \simeq 1,5\ l$ (D_a , distance entre arbres attractifs, est voisine de $3\ l$ (47)).

On déduit de (4.3.) et (4.5.) que le rapport de la contrainte thermique à la contrainte interne est indépendant de la taille du réseau de FRANK (49) :

$$(\tau_M - \tau_i)/\tau_i \simeq \frac{1}{5} \qquad (4.6.)$$

Les métaux c.f.c. satisfont bien les précédents résultats (50-52).

2.2. Analyse

L'analogie des courbes des figures 4.6. et 4.7. nous conduit donc à analyser quantitativement les courbes contrainte-température suivant le modèle précédent.

Nous calculons ainsi :

a) l'énergie de formation d'une paire de crans, $2U_{fc}$:

On part de la détermination de T_c, en utilisant (4.4.). Nous supposons dans le terme logarithmique que $\rho_D = \rho_F$, densité des arbres de la forêt qui sera déterminée au paragraphe c ci-dessous; d'autre part $a D^{-2} \simeq l^2\ (1,5\ l)^{-2} \simeq 0,4$.
On obtient alors $2U_{fc} = kT_c \mathrm{Ln}\ (12\ \rho_D)$.

$2U_{fc}$ est également donné par la mesure de ΔH au-dessus de T_c (paragraphe 4)

b) la constante β :

De (4.3.) et (4.5.), et compte-tenu que $D \simeq 1,5\ l$, on tire :

$$\beta \simeq 1,5 \left(\frac{\tau_M - \tau_i}{\tau_i} \right) \frac{\mu b^2 d}{2U_{fc}} \qquad (4.7.)$$

τ_M est la valeur extrapolée au zéro absolu de la contrainte; $2U_{fc}$ est donné par a) et l'on supposera les dislocations non dissociées ($d \simeq b$).

c) la densité de la forêt :

On utilise (4.5.) avec $\beta \simeq 4$:

$$\rho_F = l^{-2} \simeq \left(\frac{4\tau_i}{\mu b} \right)^2 \qquad (4.8.)$$

Les résultats numériques sont rassemblés dans la table 4.1., avec les valeurs correspondantes tirées de la littérature; $2U_{fc}$ est calculé d'après ρ_F de la table, et β est déduit de $2U_{fc}$.

	SAP 4,5	SAP 11,7	A 5	A 9	Littérature Al polycristallin
ρ_F (cm^{-2}) $\epsilon = 2.10^{-3}$	$1,5.10^{11}$	$3,2.10^{11}$	5.10^{10}	$5,9.10^{9}$	
$2U_{fc}$ (eV) $\epsilon = 2.10^{-3}$	0,43	0,42	0,33	0,37	0,37 d'après BASINSKY (51)
β	5,8	5,3	4,5	6,0	5,8 (51)

Table 4.1.

$\epsilon = 2 . 10^{-3}$, $\dot{\epsilon} = 2,7 . 10^{-4}$ s^{-1} .

Il est bon de remarquer dans le calcul de ρ_F par (4.8.) que τ_i peut inclure un terme de durcissement par les particules d'alumine. Il semble que ce terme soit faible, et négligeable devant le terme d'interaction élastique entre dislocations attractives. En effet, on peut aussi calculer ρ_F à partir de la contrainte thermique $\tau_M - \tau_i$; d'après (4.3.) :

$$\rho_F = l^{-2} \simeq \left[\frac{1,5b^2}{2U_{fc}} (\tau_M - \tau_i) \right]^2$$

qui conduit pour les SAP 4,5 - 11,7 - A5 et A9 à des ρ_F successivement égales à $1{,}16 \cdot 10^{11} - 1{,}7 \cdot 10^{11} - 2{,}7 \cdot 10^{10}$ et $4{,}3 \cdot 10^{9}$ cm^{-2}, en bon accord avec les valeurs correspondantes de la table 4.1. L'accord des deux méthodes montre que β est effectivement voisin de 4 et que par conséquent le durcissement est bien lié aux seules dislocations.

On a donc déterminé en appliquant la théorie de la forêt à la décroissance thermique de τ à basse température, une énergie d'activation vraie, commune au SAP et à l'aluminium pur ou impur, de 0,37 $\pm$ 0,05 eV. L'accord est satisfaisant avec la valeur tirée des résultats de BASINSKY sur l'aluminium pur (0,37 eV), et avec les mesures de ΔH au-dessus de Tc (0,35 eV). Cette énergie d'activation est du bon ordre de grandeur pour l'énergie de formation d'une paire de crans *.
On peut donc dès maintenant conclure en la présence d'un mécanisme de forêt, avec formation thermique des crans.

La constante β est de l'ordre de grandeur prévu par SAADA.

La densité de la forêt, à $\epsilon = 2 \cdot 10^{-3}$, est très élevée dans le SAP. D'une part elle l'est déjà vraisemblablement avant la déformation en traction, de par le procédé de fabrication du SAP (frittage - extrusion); d'autre part elle croit rapidement avec la déformation (paragraphe 5). Plus faible que dans le SAP, la densité est encore élevée dans l'aluminium, l'absence de traitement thermique de revenu appliqué au produit extrudé de départ en est la cause.

2.3. Action des impuretés

Dans les solutions solides désordonnées, et à suffisamment basse température pour que les impuretés soient immobiles, celles-ci peuvent bloquer les dislocations mobiles. On observe alors un durcissement variant avec la température comme (4.2.)

L'équivalence de comportement du SAP, de l'A5 et de l'A9, ainsi que les variations de τ_M et τ_i avec la déformation, montrent que le processus déterminant est bien ici le processus de forêt et non le durcissement par impuretés.

Quelques détails supplémentaires sont donnés en annexe 3.

DORN et al. aboutissent à la même conclusion pour les alliages Al-Cu (55).

* L'estimation théorique de 2 U_{fc} pour l'aluminium est très approchée et voisine de 0,25 eV.

3. Diagramme force-distance

Nous déterminons dans ce paragraphe le diagramme force-distance traduisant l'interaction élastique entre une dislocation mobile et un arbre répulsif, Suggéré pour la première fois par BASINSKY (51) , il a été déterminé par MITRA et DORN (55-56) pour l'aluminium et les alliages Cu Al_2/Al. Il est représenté schématiquement sur la figure 4.8.

Si une contrainte τ est appliquée, la force effective sur l'arc de dislocation mobile est $F = (\tau - \tau_i) Db$; τ_i est la contrainte interne et D la distance moyenne entre un arbre attractif et un arbre répulsif.

x étant la distance que la dislocation mobile doit parcourir pour franchir l'arbre, et F la force de répulsion, l'énergie thermique d'activation, représentée par l'aire hachurée sur la figure 4.8., s'écrit :

$$\Delta H = \int_{F = (\tau - \tau_i)Db}^{F_m} x dF$$

et par suite :

$$v^* = -\left(\frac{d\Delta H}{d\tau} \right) = Dbx$$

A très basse température, donc à forte contrainte, la distance de franchissement est associée à la formation du cran (la recombinaison des dislocations éventuellement dissociées est alors complète). On a alors $x \simeq b$ et $v^* \simeq b^2 D$.

La mesure des volumes d'activation, et leur variation avec la contrainte appliquée, permet de déterminer le diagramme $F - x$.

3.1. Volumes d'activation

Les volumes d'activation sont mesurés par la méthode 1.3.1., chapitre 2; la figure 4.9. montre le type de variation $\Delta\sigma - \epsilon$ observé.

En effectuant ces essais à différentes températures, on déduit, à déformation donnée, les variations du volume d'activation avec la contrainte appliquée, figure 4.10.

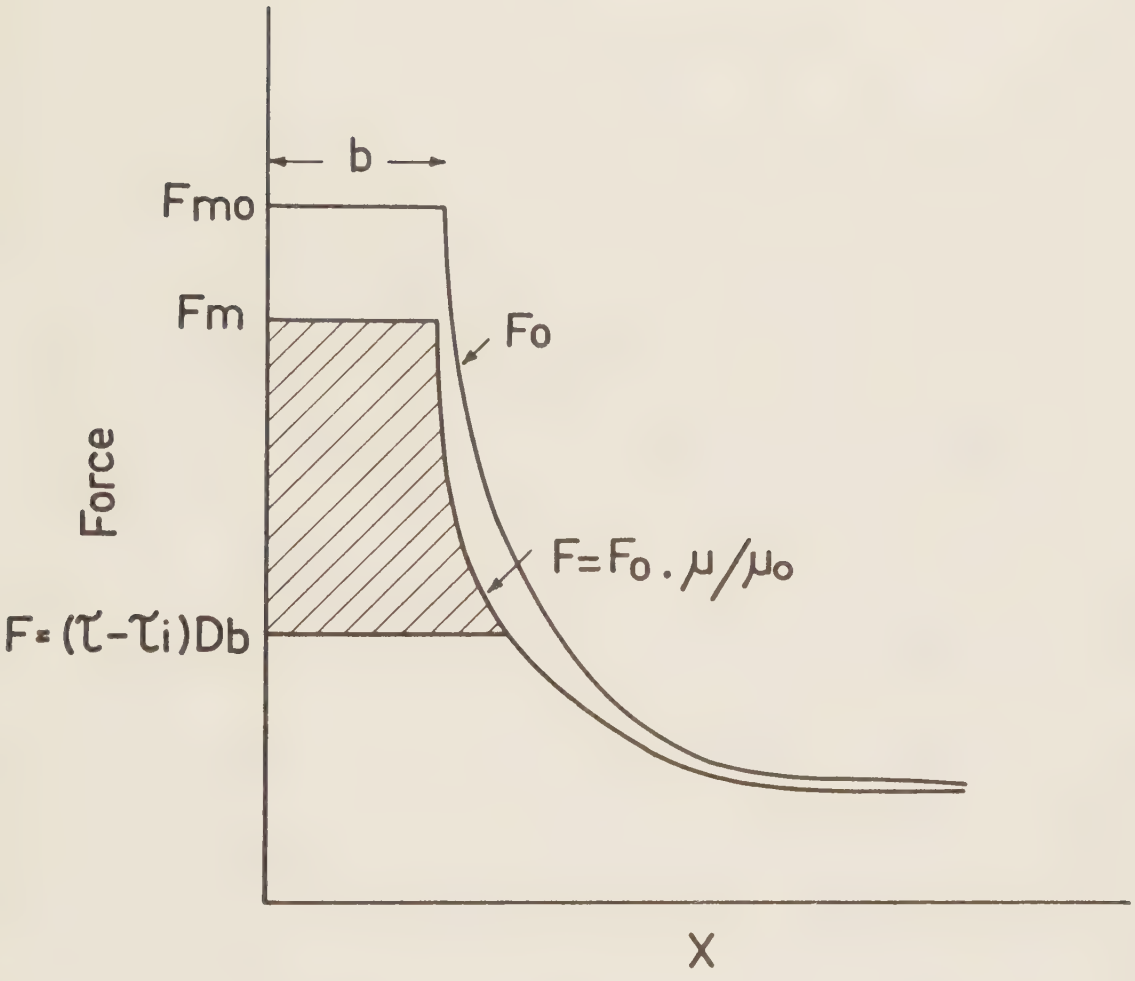

Fig. 4.8. : Diagramme force-distance, d'après DORN (53) , au zéro absolu et à une température T.

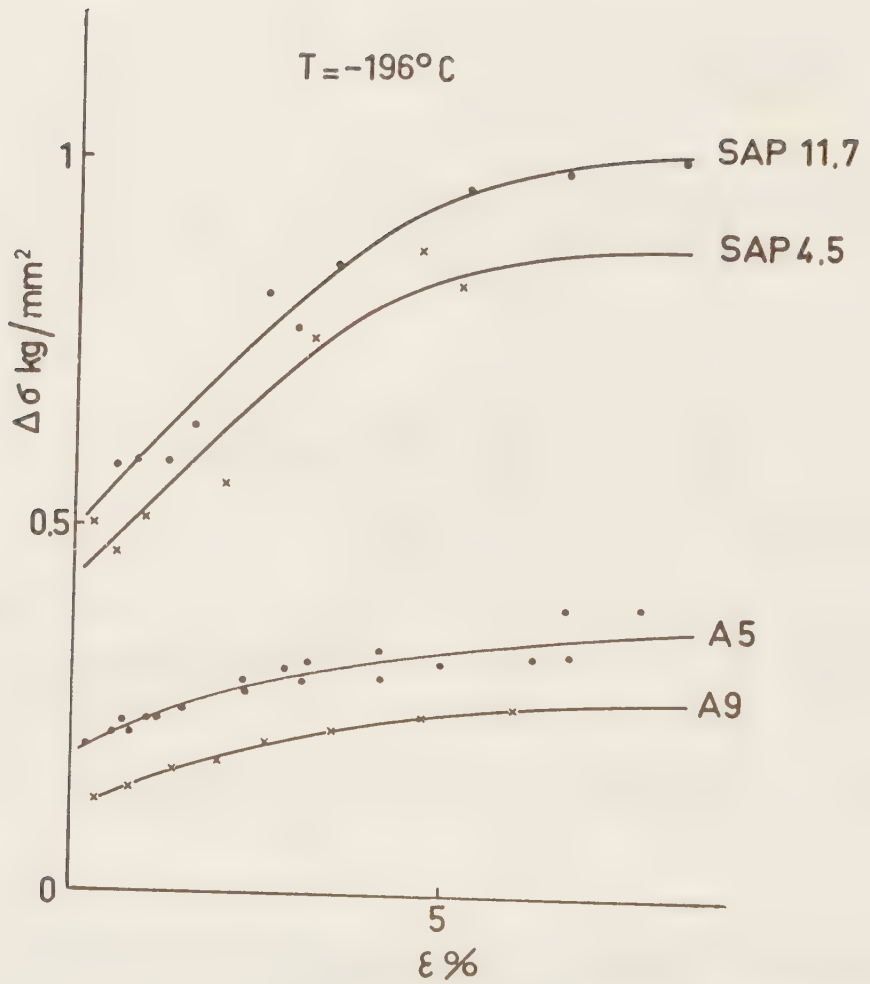

Fig. 4.9. : Variations $\Delta\sigma - \epsilon$ à $T = -196°$ C; $\dot{\epsilon}_1 = 1,1 \cdot 10^{-4}$ s^{-1}, $\dot{\epsilon}_2 = 1,1 \cdot 10^{-3}$ s^{-1}.

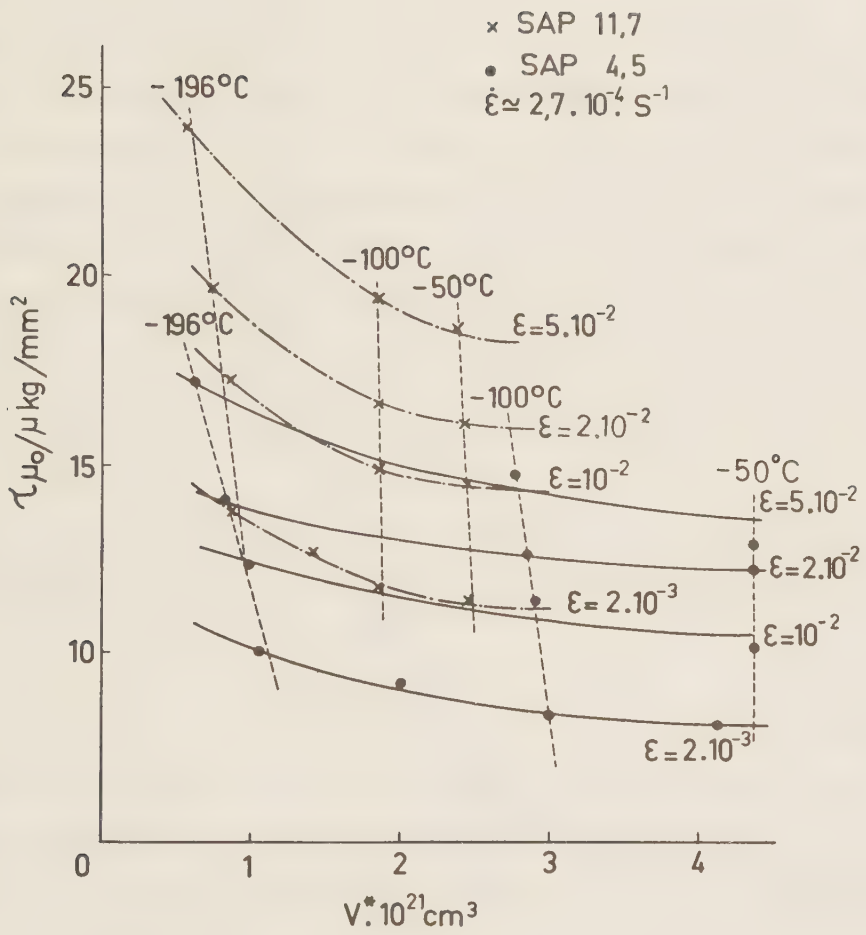

Fig. 4.10. : Variations $\tau\mu o/\mu$ - v^* pour différentes déformations ($\epsilon = 2 . 10^{-3}$, 10^{-2} , $2 . 10^{-2}$, $5 . 10^{-2}$). $\tau\mu o/\mu$ est la contrainte corrigée pour les variations du module de cisaillement avec la température. Les courbes en pointillé représentent les variations de v^* à température constante. Des résultats analogues sont obtenus sur A5.

3.2. Détermination du diagramme

Nous utilisons la relation :

$$Fo = F\mu o/\mu = (\tau - \tau_i)Db\mu o / \mu = (\tau\mu o/\mu - \tau_{io})\, Db \qquad (4.9.)$$

Fo et τ_{io} sont la force F et la contrainte interne ramenée au zéro absolu. Nous déduisons D de l'extrapolation de v^* au zéro absolu ($D = v_o^* / b^2$), pour chaque état déformé. Les τ_{io} sont les valeurs asymptotiques, pour les v^* grands, des courbes 4.10. En reportant D et τ_{io} dans (4.9.) on obtient Fo en fonction de $x = v^*/Db$.

On déduit ainsi des courbes 4.10. une courbe unique Fo- x pour chaque matériau, représentée sur la figure 4.11. On a joint sur la figure la courbe Fo - x obtenue par DORN et al. (55) sur monocristal d'A9. Les diagrammes sont pratiquement confondus pour le SAP et l'A5, légèrement au-dessus de celui de DORN. Cette petite différence peut s'expliquer par l'erreur d'extrapolation de v^* au zéro absolu qui se répercute sur la courbe Fo - x (nous ne disposons pas d'essais à l'hélium liquide).

La présente analyse de la contrainte thermique apporte une preuve supplémentaire de l'analogie de comportement du SAP et de l'aluminium par rapport à un processus de forêt.

4. Déviation et diffusion

Les courbes τ/μ - T pour les SAP 4,5 et surtout 11,7 (fig. 4.3. et 4.4.), ne suivent plus la loi (4.2.) pour les fortes déformations, donc les fortes contraintes. Le palier athermique devient moins marqué et disparait pour le SAP 11,7 à $\epsilon > 10^{-2}$. Il semble donc qu'un processus autre que celui de forêt intervienne.

Pour lever l'indétermination nous mesurons l'énergie d'activation à vitesse constante, pour différentes déformations. La méthode 1.2.3. chapitre 2, est utilisée. La figure 4.12. montre les résultats obtenus sur le SAP 11,7.

Revenant à l'expression (1.3.) de ΔH, on obtient pour un processus de forêt, en tenant compte de (4.1.) (4.2.) et (4.3.) :

$$\Delta H = 2U_{fc} \cdot T/Tc \qquad \text{pour} \quad T \leq Tc$$
$$\Delta H = 2U_{fc} \qquad \text{pour} \quad T \geq Tc$$

Par suite la mesure de ΔH au-dessus de Tc donne directement l'énergie de formation d'une paire de crans, $2U_{fc}$. A $\epsilon = 2.10^{-3}$ on mesure ainsi $2U_{fc} \simeq 0{,}35$ eV, en bon accord avec la valeur de la table 4.1.

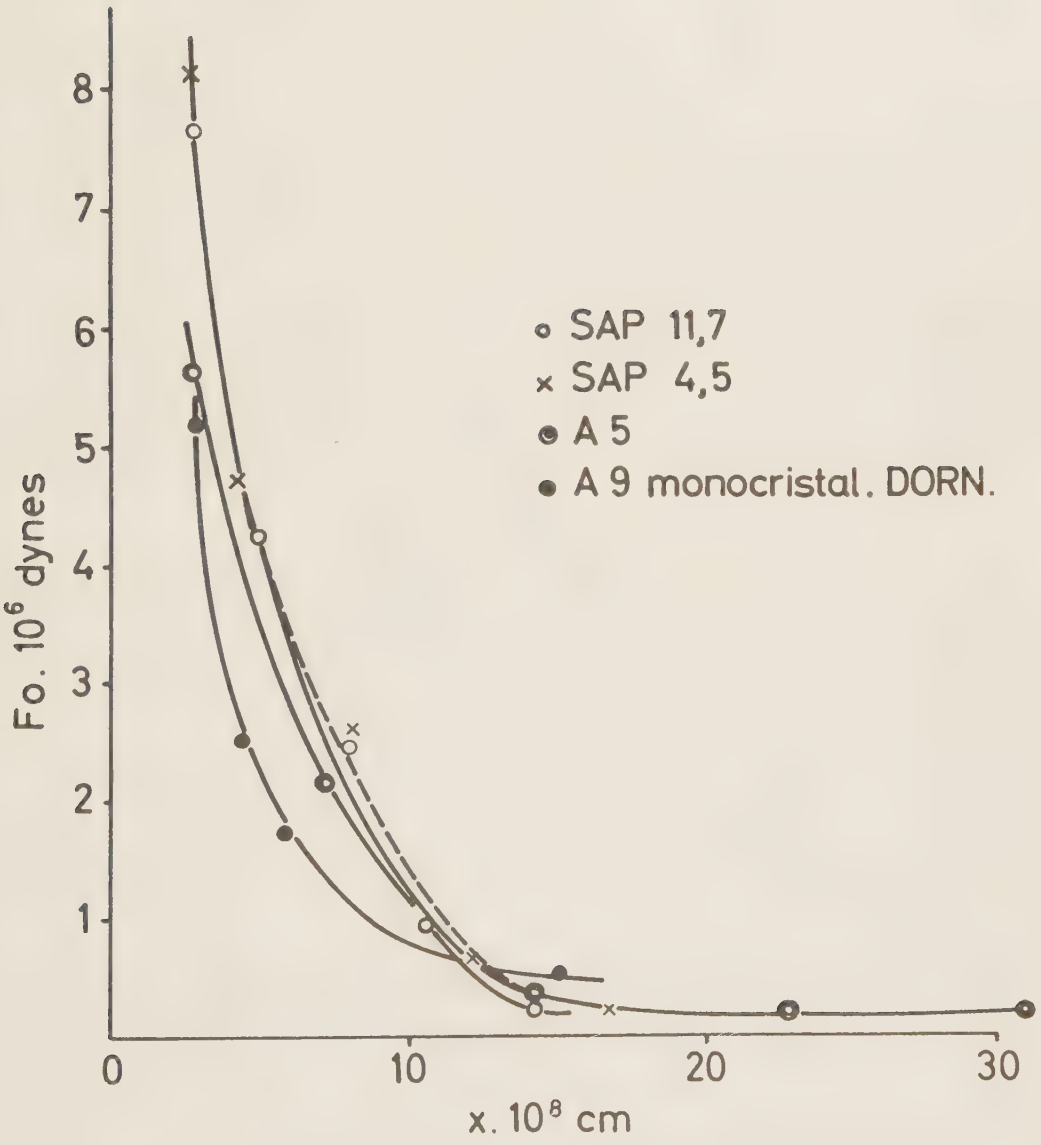

Fig. 4.11. : Diagramme Fo - x . SAP 11,7 - 4,5 et Aluminiums A5, A9.

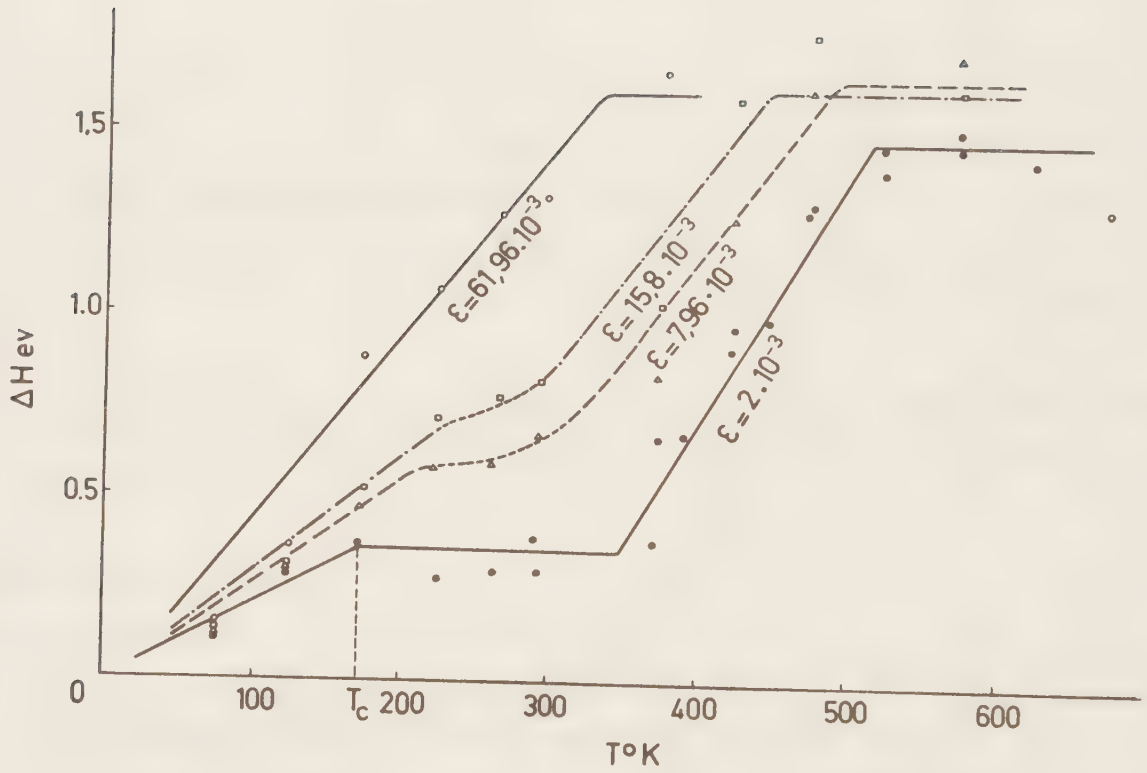

Fig. 4.12. : Variations ΔH - T . $\dot{\varepsilon}$ = 2,7 . 10^{-4} s^{-1} . SAP 11,7.

Pour les déformations $\geq 7{,}96 \cdot 10^{-3}$, la loi (4.10.) n'est plus suivie : ΔH croît au-delà de Tc et atteint un palier de 1,6 eV d'autant plus rapidement que la déformation est grande. L'énergie d'auto-diffusion dans l'aluminium est de 1,56 eV. Il semble donc que nous soyons alors en présence d'un stade net de diffusion. En dessous, la variation continue de ΔH avec T peut correspondre au moins en partie à un stade de déviation de ΔH, mal définie parce qu'influencée par les contraintes internes (d'après DORN (7), $\Delta H \simeq 1{,}2$ eV pour la déviation dans Al).

En comparant les figures 4.3. et 4.12., on constate que les disparitions des paliers $\tau - T$ et $\Delta H - T$ (à 0,35 eV) sont concomittantes. Il est donc raisonnable de supposer que la diffusion, et vraisemblablement les déviations, interviennent à forte déformation, déterminant le relâchement des contraintes internes, d'où la chute thermique $\tau_i - T$.

5. Durcissement d'écrouissage

Nous précisons, à partir de la mesure des volumes d'activation, les variations de la distance entre arbres avec la déformation, à température constante.

Nous nous plaçons à -196° C, température à laquelle l'activation thermique des déviations est encore faible (tout au moins pour les faibles déformations) et où par conséquent, la déformation étant réglée par le passage de la forêt, $v^* = bdD$. Nous supposons par ailleurs que $d \simeq b$. On déduit donc les variations de $D \simeq v^*/b^2$ des variations de v^* avec ϵ. La figure 4.13. montre les résultats obtenus.

1/D varie de la même façon pour les Aluminiums A5 et A9, plus rapidement pour le SAP, et cela d'autant plus que la teneur en alumine est forte. La présence des particules d'alumine entraîne une multiplication plus rapide des dislocations.

La différence entre 1/D à déformation nulle pour les SAP 11,7 et 4,5 est probablement directement liée au frittage-extrusion de la fabrication qui crée une densité de dislocations initiale croissant avec la teneur en alumine.

On peut calculer à nouveau la densité des arbres de la forêt ($\rho_F \simeq 2{,}2/D^2$) et comparer avec les résultats du paragraphe 2.2. On trouve ainsi, à $\epsilon = 2 \cdot 10^{-3}$, une densité de $1{,}1 \cdot 10^{12} - 2{,}1 \cdot 10^{12} - 4{,}4 \cdot 10^{11}$ et $8{,}8 \cdot 10^{10}$ cm^{-2} pour les SAP 4,5 - 11,7 - A5 et A9; ces valeurs sont respectivement 7 - 6,5 - 8,8 et 14 fois plus fortes que celles de la table 4.1. Des rapports jusqu'à l'ordre de 4 peuvent incomber à l'erreur sur la constante β, et à l'inhomogénéité du matériau; des rapports supérieurs sont difficiles à expliquer. On doit cependant remarquer

que le volume d'activation, à déformation constante, croît avec la température (fig. 4.10.); si bien que d'une façon générale, on calcule à partir du volume d'activation une densité de dislocations supérieure à celle du paragraphe 2.2. à basse température (-196° C), inférieure à haute température (20° C); l'accord est satisfaisant au voisinage de la température critique. Une partie au moins de cette différence provient du fait que la largeur des dislocations, même faiblement dissociées, n'est pas constante et décroît avec la contrainte appliquée, entraînant l'augmentation de v^* avec la température. D'autre part les deux méthodes de détermination de la densité déterminent des moyennes, et il n'est pas évident que ces moyennes soient les mêmes.

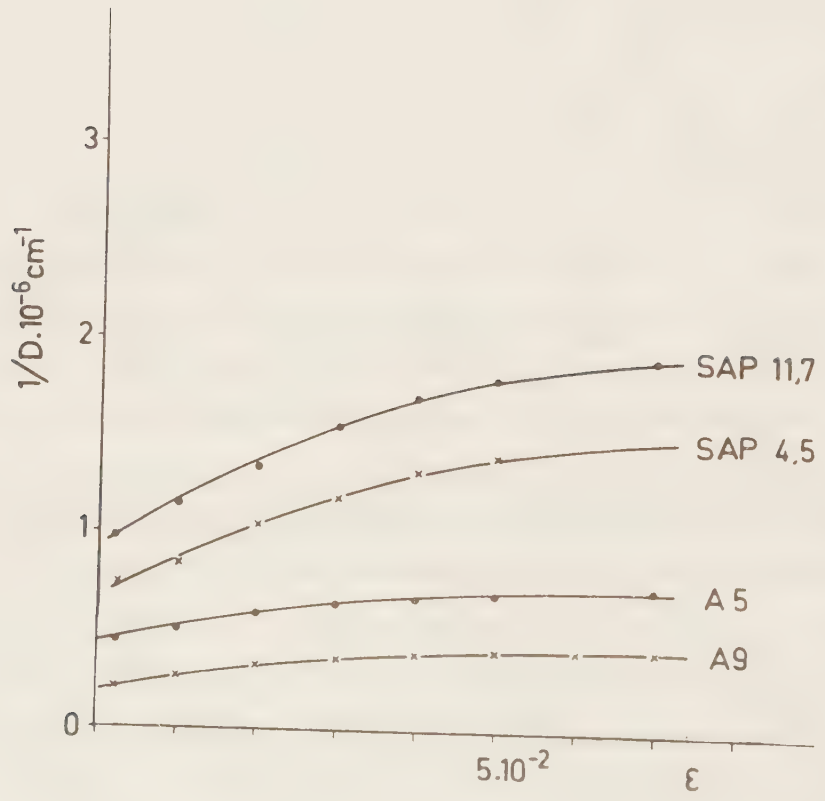

Fig. 4.13. : Variations $1/D - \epsilon.\dot{\epsilon} \simeq 3{,}5.10^{-4}\ s^{-1}$. T = - 196°C.

. Microscopie électronique

Nous contrôlons et précisons les mécanismes précédemment envisagés en observant es lames minces taillées dans des éprouvettes déformées à -196 et 20°C.

.1. SAP 4,5 extrudé, non déformé en tension

Comme pour les essais mécaniques les échantillons ont été recuits 2 heures à 00°C.

Le cliché 4.14. met en évidence les grains allongés suivant la direction .'extrusion. La face plane des plaquettes d'alumine est différemment orientée par apport au plan de la lame. La densité des dislocations varie d'un grain à l'autre, st en moyenne de l'ordre de $4,8 \pm 2.10^9$ cm^{-2}, donc élevée.

5.2. SAP 4,5, déformé en tension à -196°C

L'éprouvette déformée est réchauffée normalement à l'air. L'observation est aite à température ambiante.

La micrographie 4.15. est relative à une déformation de 2.10^{-3}. Les dislocations sont crantées, distribuées d'une manière homogène à l'intérieur du grain; la ensité est élevée.

La micrographie 4.16. est relative à une déformation de 10^{-1}. Les dislocations constituent une sous-structure en cellules, dont la dimension est approximativement gale à la distance moyenne interparticules (environ $0,3\,\mu$). Les parois en sont généralement mal définies. Certaines dislocations sont également présentes à l'intérieur des cellules. Cette formation de sous-structure en cellules a également été bservée dans le SAP laminé, par GOODRICH et ANSELL(57) . L'influence d'un recuit st décrite dans (28): cette sous-structure est stable; le recuit amincit les parois, qui subissent par ailleurs une rotation tendant à les amener perpendiculairement au plan de la lame; l'intérieur des cellules s'assainit.

Les mécanismes expliquant la formation des cellules font intervenir la déviation d'un grand nombre de dislocations vis (SWANN (58)); on confirme donc les déviations considérées au paragraphe 4.

Fig. 4.14 : SAP 4,5 extrudé, non déformé en tension. Coupe longitudinale.

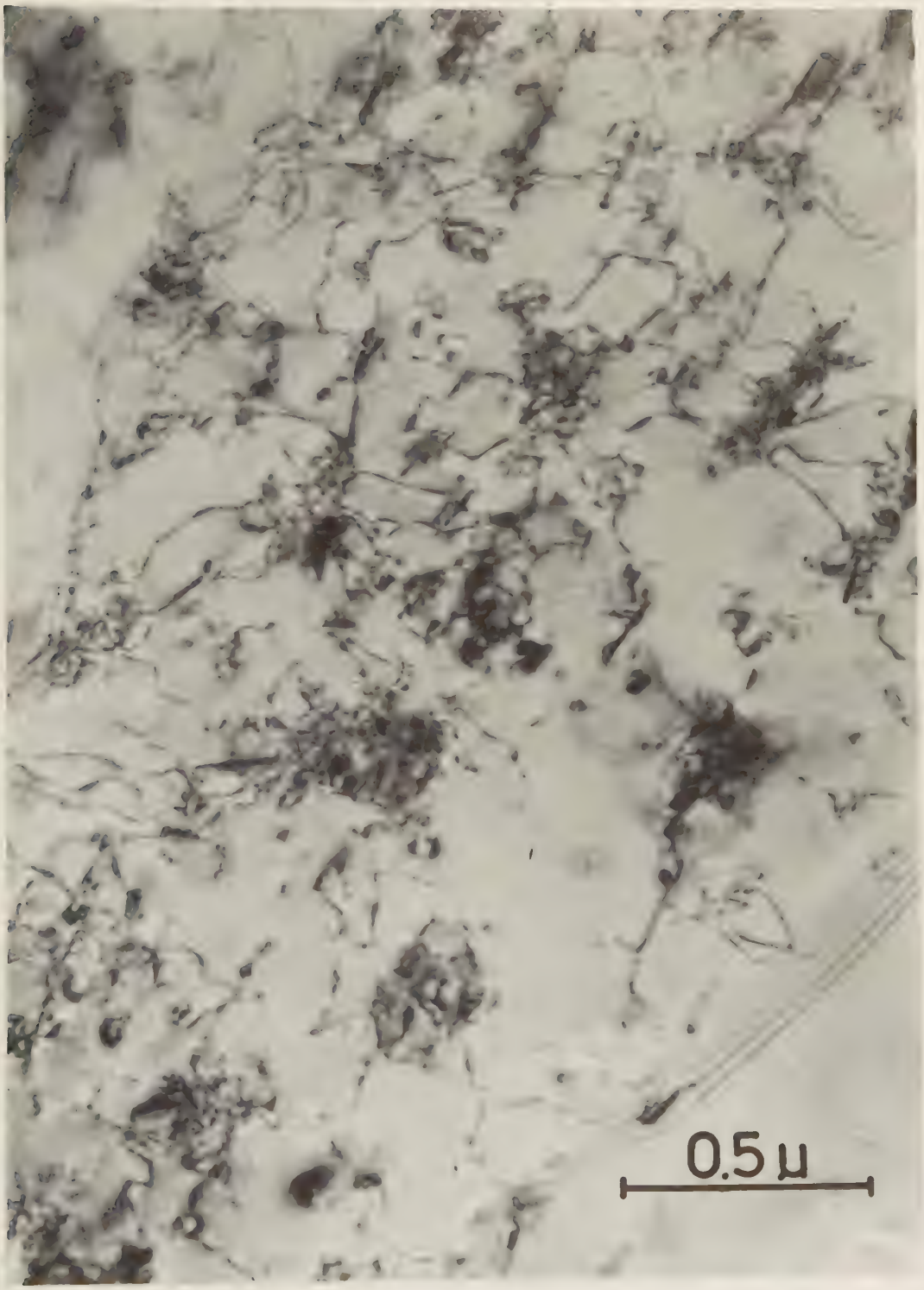

Fig. 4.15 : SAP 4,5 déformé à -196° C . $\epsilon = 2 \cdot 10^{-3}$.

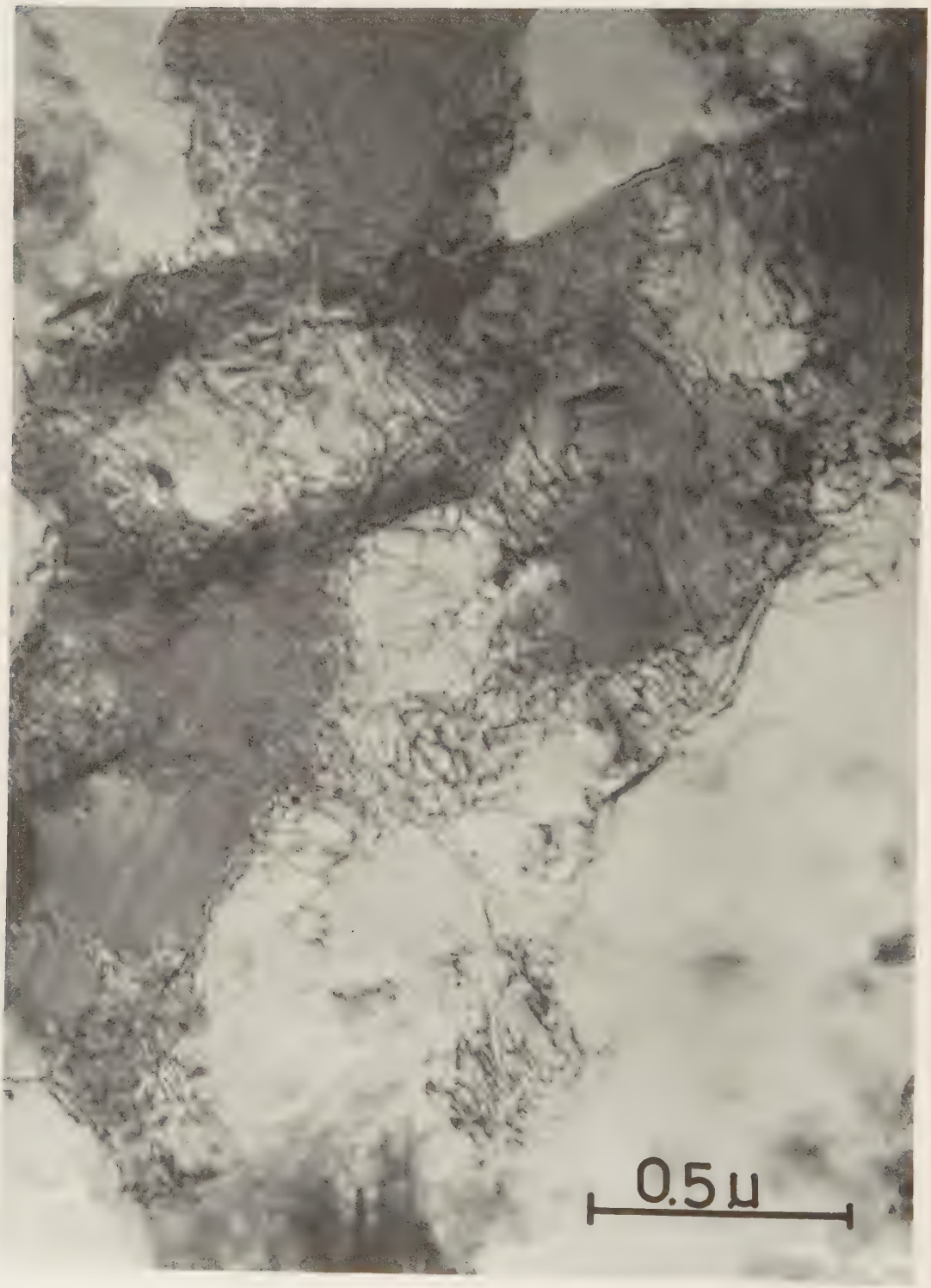

Fig. 4.16. : SAP 4,5 déformé à -196° C. $\dot{\varepsilon} \simeq 10^{-1}$. Sous-structure en cellules.

6.3. SAP 4,5, déformé en tension à 20° C

A fortes déformations, les dislocations tendent toujours à former une sous-structure en cellules dont les parois sont mieux définies qu'à -196° C : figure 4.17; l'intérieur des cellules y est également plus pauvre en dislocations.

Après une longue exposition sous le faisceau électronique les dislocations commencent à se déplacer; en l'absence de cellules elles dévient fréquemment entre les particules : fig. 4.18. (voir paragraphe 4.1.1., chap. 5) : la déviation des dislocations vis est bien opérative.

6.4. Densité des dislocations en fonction de la déformation

Nous évaluons la densité des dislocations d'échantillons déformés à + 20° C, à différents taux, par les méthodes décrites au chap. 2. Les valeurs obtenues sont comparées à celles que l'on peut déduire de la mesure des volumes d'activation à 20° C, pour les déformations correspondantes.

Dans la mesure où le processus de forêt contrôle la déformation, $v^* \simeq Db^2$, si les dislocations ne sont pas dissociées. D'où :

$$\rho_F \simeq l^{-2} = (1{,}5b^2/v^*)^2$$

Les résultats obtenus sont rassemblés dans la table 4.2.

Les colonnes 2 et 3 mettent en évidence l'accroissement de la densité des dislocations avec la déformation. Compte-tenu de la grande dispersion existant dans la colonne 3, qui provient d'une différence entre les échantillons utilisés, l'accord entre les résultats des deux méthodes est satisfaisant pour les faibles déformations.

En fait, différentes sources d'erreurs affectent chaque méthode :

a - en cours de détermination par microscopie électronique, le comptage des dislocations au voisinage des particules d'alumine peut être sous-estimé par le fait qu'au voisinage des particules les dislocations sont enchevêtrées, et par conséquent mal résolues. Le même argument vaut pour les parois de cellule fortement inclinées par rapport au plan de la lame.

Il faut également considérer un réarrangement et une perte éventuelle des dislocations en cours de l'amincissement de l'échantillon. Ce facteur de perte est connu pour l'aluminium : il est voisin de 50% et indépendant de la déformation [59],

Fig. 4.17. : SAP 4,5 déformé à + 20° C . $\epsilon \simeq 6 . 10^{-2}$.

Fig. 4.18. : SAP 4,5 déformé à +20° C . $\epsilon = 5 \cdot 10^{-4}$.
On distingue dans la partie supérieure de la photographie les traces en zig-zag des dislocations ayant dévié.

déformation ϵ %	densité moyenne cm^{-2} (*) (microscopie électronique)	densité moyenne cm^{-2} (**) (volumes d'activation)	distribution
0	$5.10^9 \pm 2,0.10^9$	-	homogène
0,05	$7.10^9 \pm 2,0.10^9$	-	"
0,2	$1,05.10^{10} \pm 0,3.10^{10}$	$1,9.10^{10} \pm 1,2.10^{10}$	"
1	$1,2.10^{10} \pm 0,3.10^{10}$	$2,3.10^{10} \pm 1,1.10^{10}$	"
2	-	$3,6.10^{10} \pm 1,0.10^{10}$	
3	-	$4,9.10^{10} \pm 0,9.10^{10}$	cellules
5	-	$6,2.10^{10} \pm 1,3.10^{10}$	cellules
6	$1,6.10^{10} \pm 0,3.10^{10}$	$6,9.10^{10} \pm 1,1.10^{10}$	cellules

*les densités sont relatives à des éprouvettes différentes

**les densités sont les moyennes entre trois éprouvettes différentes.

Table 4.2.

DENSITE DES DISLOCATIONS EN FONCTION DE LA DEFORMATION POUR LE SAP 4,5

cependant l'action de blocage des particules d'alumine doit certainement réduire ce facteur de perte dans le SAP.

b - la détermination de la densité à partir du volume d'activation n'est valable que dans la mesure où le processus de forêt est seul agissant et où l'expression théorique du volume d'activation est satisfaisante. Nous devons prévoir certains écarts quand un second processus intervient en parallèle, ce qui est le cas à forte déformation (déviation, auto-diffusion).

En conclusion, on doit s'attendre à avoir une bonne correspondance à basse déformation où la distribution des dislocations est homogène et où le processus de forêt est unique. C'est le cas pour les déformations inférieures à $1\text{-}2.10^{-2}$.

Pour les fortes déformations, où l'on est en présence d'une structure en cellules, la densité dans les parois est plus forte que la densité moyenne indiquée dans la colonne 2; bien que le comptage y soit difficile, on estime que la densité y est de 2 à 4 fois plus forte que la densité moyenne. On déduit, à $\varepsilon = 6.10^{-2}$, que la densité dans les parois correspond bien avec la valeur de la colonne 3. Il semble donc que le volume d'activation caractérise un processus de forêt qui règle la propagation des dislocations mobiles au travers des parois des cellules.

Enfin les cellules ne s'observent à température ambiante que pour les fortes déformations et au-delà du palier de τ (T). Ayant vu au paragraphe 4 que les déviations devaient entraîner la chute thermique de τ(T), on peut conclure que nos observations sont en bon accord avec l'idée que la formation des cellules est liée :

a) aux déviations.
b) à l'apparition du stade III de τ (ε).
c) à la chute de tension après le palier de τ (T).

A titre comparatif, des mesures sont également faites sur un lot d'aluminium A5. Pour une déformation de 2.10^{-3}, on trouve ainsi une densité de $4{,}2.10^{10}$ cm^{-2} à partir du volume d'activation, et de 10^{10} cm^{-2} par microscopie électronique. Compte-tenu du facteur de perte possible de l'ordre de 50 %, l'accord est là aussi très correct.

Les deux méthodes ici utilisées donnent donc des résultats comparables. Des mesures de résistivité offriraient la possibilité d'un troisième contrôle.

CHAPITRE 5

LES PROCESSUS DE DEFORMATION PLASTIQUE DU SAP A HAUTE TEMPERATURE

(de l'ambiante à 658° C)

L'analyse des mécanismes de déformation est poursuivie à haute température par la détermination systématique des énergie et volume d'activation à faible déformation ($\epsilon = 2.10^{-3}$).

La déviation et la diffusion déterminent la chute thermique de la contrainte pour créer une déformation donnée. A partir d'environ 350° C, des processus spécifiques au SAP se manifestent, caractérisés par des énergies apparentes d'activation importantes. Les résultats concernant les paramètres structuraux, déterminés au chapitre 3, sont alors utilisés pour le calcul numérique des modèles envisagés.

1. Allure générale des courbes de traction

Ce chapitre traite des SAP 3,6 - 4,5 - 7,0 - 8,3 - 11,7 et A5.

Les figures 5.1. et 5.2. représentent les courbes $\tau - \epsilon$ pour les SAP 11,7 - SAP 4,5 et A5, à des températures de 20° C et 500° C. Le durcissement d'écrouissage du SAP reste supérieur à celui de l'aluminium. La striction est atteinte d'autant plus rapidement que la température est élevée. Le SAP conserve à haute température une résistance mécanique élevée, alors que celle de l'aluminium devient très faible ($\tau < 0,5$ kg/mm^2) au-dessus de 350° C.

2. Energies d'activation

La méthode 1.2.2., chapitre 2, pour les raisons invoquées dans (60), donne pour le SAP des valeurs dispersées, qui fixent seulement un ordre de grandeur.

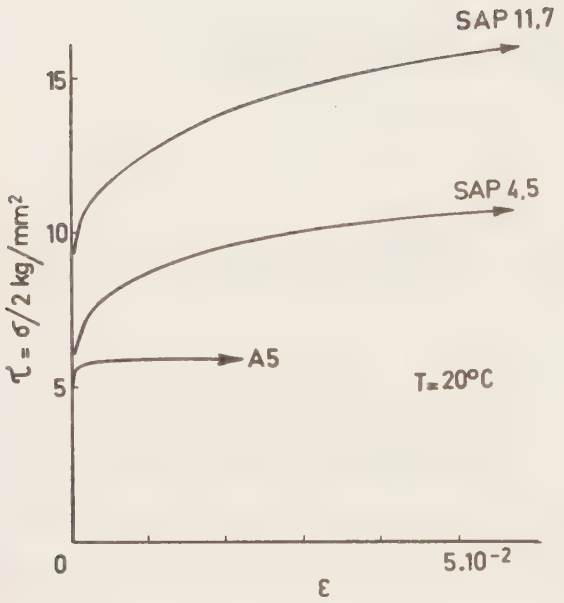

Fig. 5.1. : Courbes $\tau - \epsilon$. T = 20°C
$\dot{\epsilon} \simeq 2{,}7.10^{-4}\ s^{-1}$
SAP 11,7 - 4,5 - A5

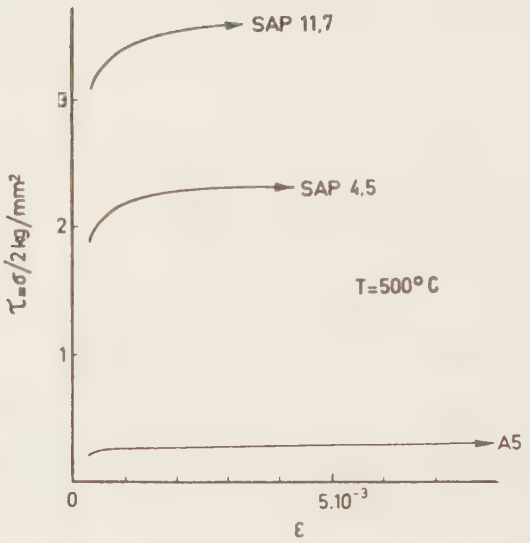

Fig. 5.2. : Courbes $\tau - \epsilon$. T = 500°C
$\dot{\epsilon} \simeq 2{,}7.10^{-4}\ s^{-1}$
SAP 11,7 - 4,5 - A5.

2.1. Energie d'activation à contrainte constante

La méthode 1.2.1., chapitre 2, est appliquée (60) . Pour le SAP 3,6, par exemple, on détermine à partir du réseau de courbes de la figure 5.3., les variations de ΔH avec la température, figure 5.4.

La figure 5.5. rassemble les résultats obtenus sur SAP 3,6-7,0 et 11,7 (60-62) . Le choix d'une vitesse de déformation déterminée donne évidemment des courbes par points.

2.2. Energie d'activation à vitesse de déformation constante

La méthode 1.2.3., chapitre 2, est appliquée. Dans la détermination du volume d'activation, les vitesses $\dot{\epsilon}_1$ et $\dot{\epsilon}_2$ sont respectivement égales à $1{,}1.10^{-4}\ s^{-1}$ et $1{,}1.10^{-3}\ s^{-1}$, soit une vitesse moyenne $(\dot{\epsilon}_1 . \dot{\epsilon}_2)^{1/2}$ de $3{,}9.10^{-4}\ s^{-1}$; pour $(\partial\tau / \partial T)_{\dot{\epsilon}}$, $\dot{\epsilon}$ est de $2{,}7.10^{-4}\ s^{-1}$. Les résultats obtenus sont portés sur la figure 5.6. Ils sont en bon accord avec ceux obtenus par la méthode précédente, à vitesse de déformation correspondante.

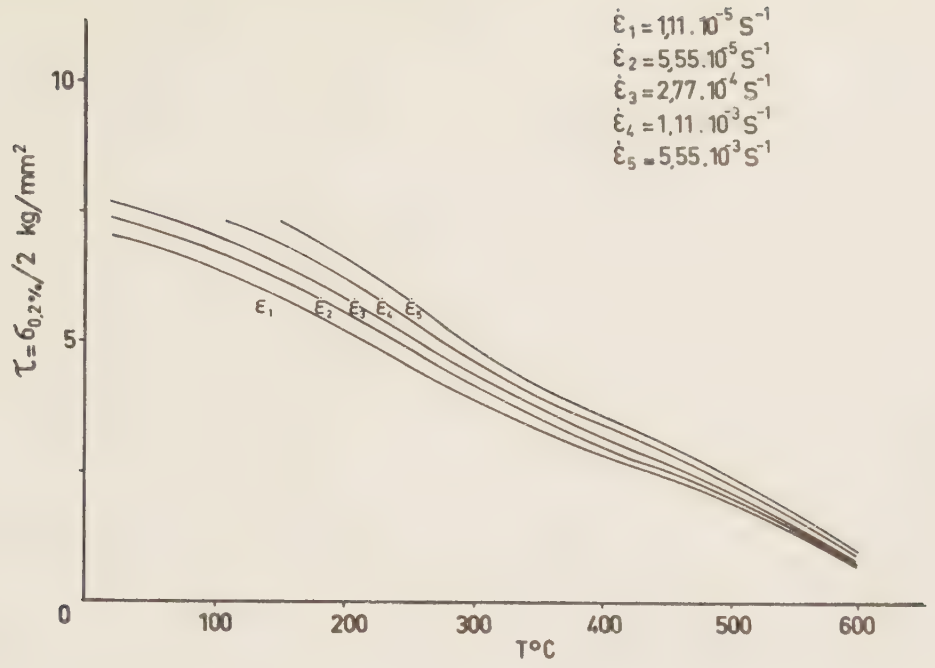

Fig. 5.3. : Variations de $\tau = \sigma/2$ avec la température, à vitesse de déformation constante. $\dot{\varepsilon} = 2.10^{-3}$. SAP 3,6.

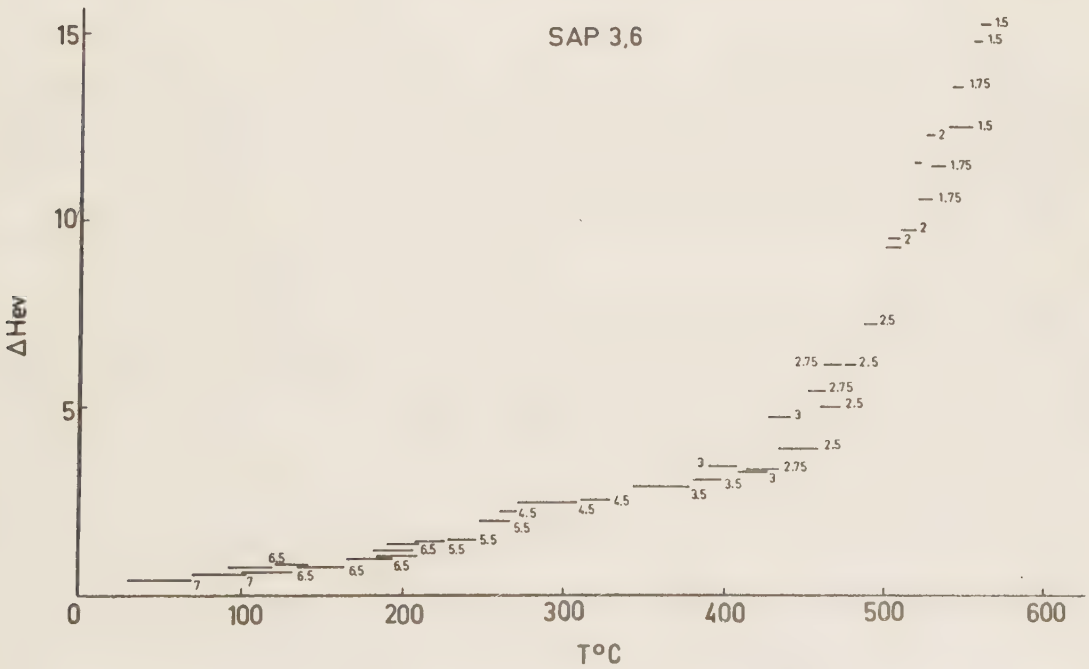

Fig. 5.4. : Variations de ΔH avec la température. La contrainte de cisaillement est constante pour chaque palier et signalée en indice. SAP 3,6. $\dot{\varepsilon} = 2.10^{-3}$.

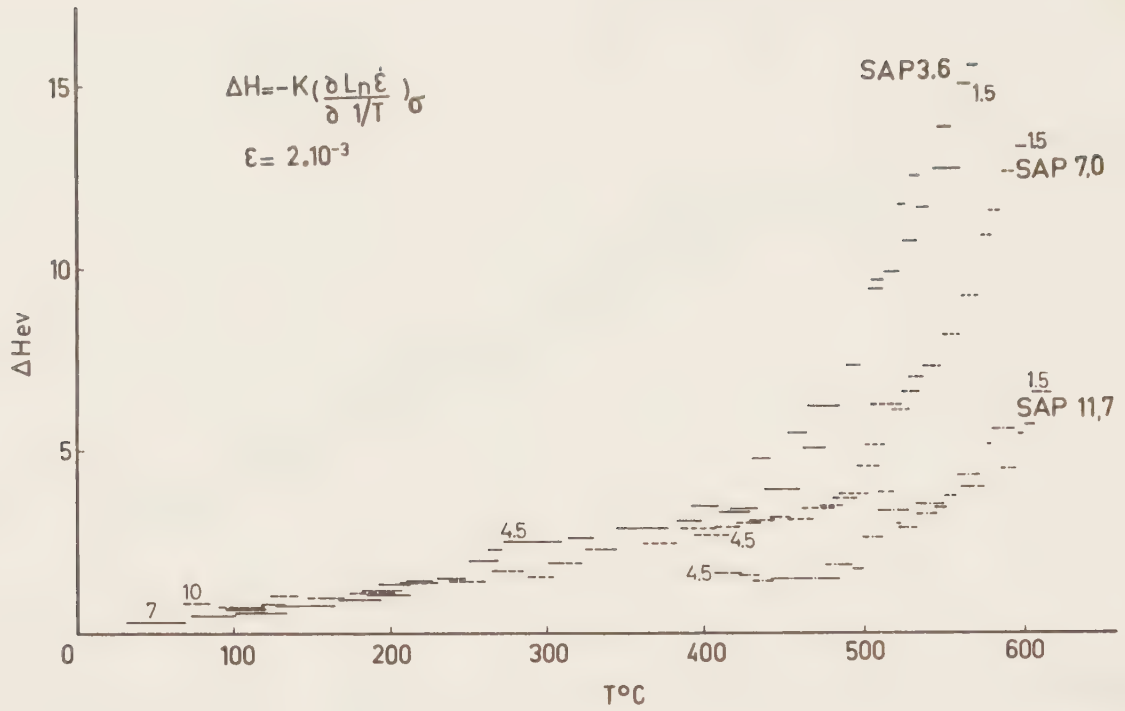

Fig. 5.5. : Variations de ΔH avec la température. SAP 3,6 - 7,0 et 11,7.

Soit directement à partir de la figure 5.4., soit indirectement à partir de la figure 5.6. en passant par l'intermédiaire de la courbe τ - T, on peut déduire les variations de ΔH avec la contrainte appliquée τ : fig. 5.7.

Cette déduction n'a de sens que si un mécanisme unique entre successivement en jeu.

L'ensemble des résultats est en bon accord avec les quelques valeurs de ΔH obtenu par fluage, que l'on trouve dans la littérature sur le SAP : MEYERS, SHERBY, SHYNE (63) (64) , LENEL, ANSELL (65).

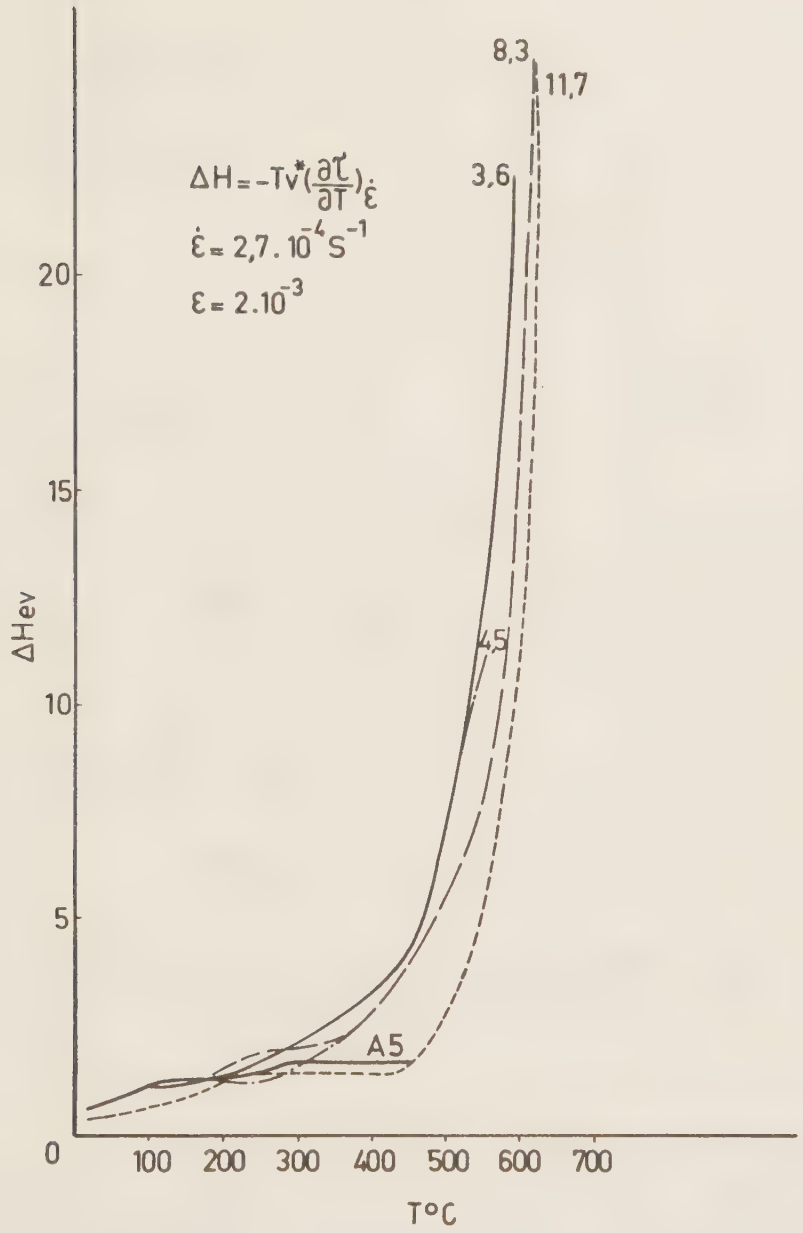

Fig. 5.6. : Variations de ΔH avec la température, à vitesse de déformation constante ($\dot{\varepsilon} \simeq 2,7.10^{-4}$ s^{-1}). SAP 3,6 - 4,5 - 8,3 - 11,7 et A5. ΔH n'est pas calculé pour l'A5 au-delà de 400°C, la précision devenant alors trop mauvaise ($\partial\tau$ / ∂T petit, v^* grand).

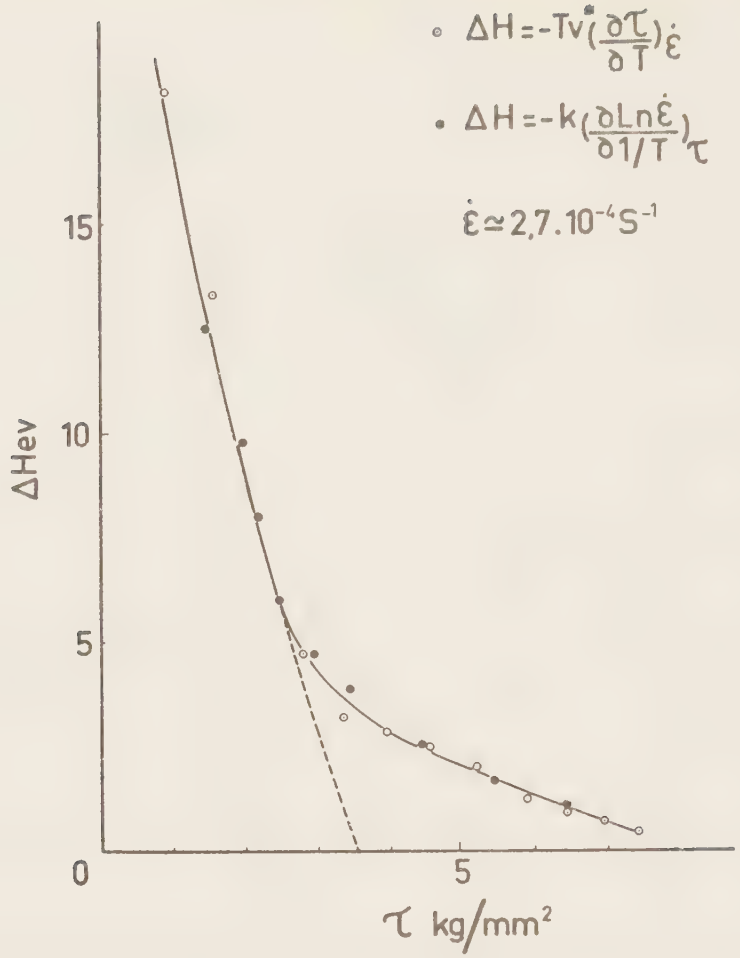

Fig. 5.7. : Variations deΔH avec la contrainte appliquée. SAP 3,6. $\epsilon = 2.10^{-3}$. $\dot{\epsilon} \simeq 2{,}7.10^{-4}\ s^{-1}$.

3. Volumes d'activation

La méthode 1.3.1., chapitre 2, est principalement appliquée. Les détails sont donnés dans (60). Les méthodes 1.3.2. donnent des résultats comparables.

La figure 5.8. montre les variations $\Delta\sigma - \epsilon$, à différentes températures.

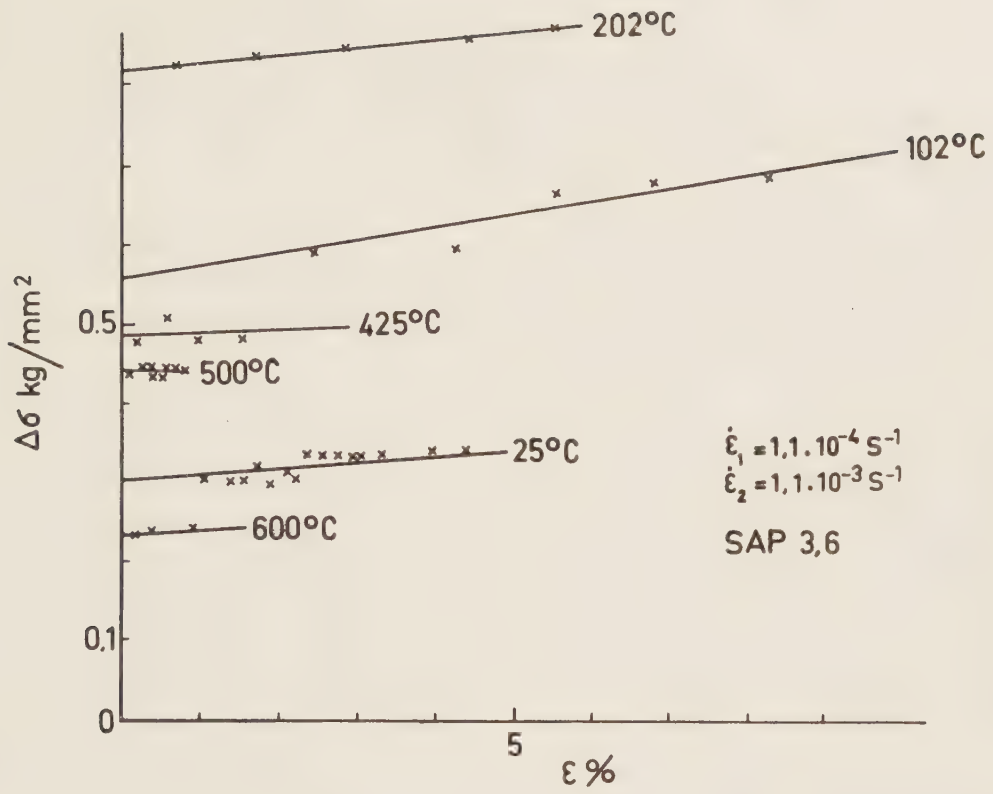

Fig. 5.8. : Variations de $\Delta\sigma$ avec ϵ. $\dot{\varepsilon}_1 = 1,1.10^{-4}\ s^{-1}$
$\dot{\varepsilon}_2 = 1,1.10^{-3}\ s^{-1}$. SAP 3,6.

La figure 5.9. montre les variations du volume d'activation, à $\epsilon = 2.10^{-3}$, avec la température pour différents SAP et pour l'A5; la courbe représentative de l'A5 est tracée en pointillé au-dessus de 300° C : nous pensons que les fortes valeurs de v^* alors observées sont dues à la recristallisation inexistante dans le SAP.

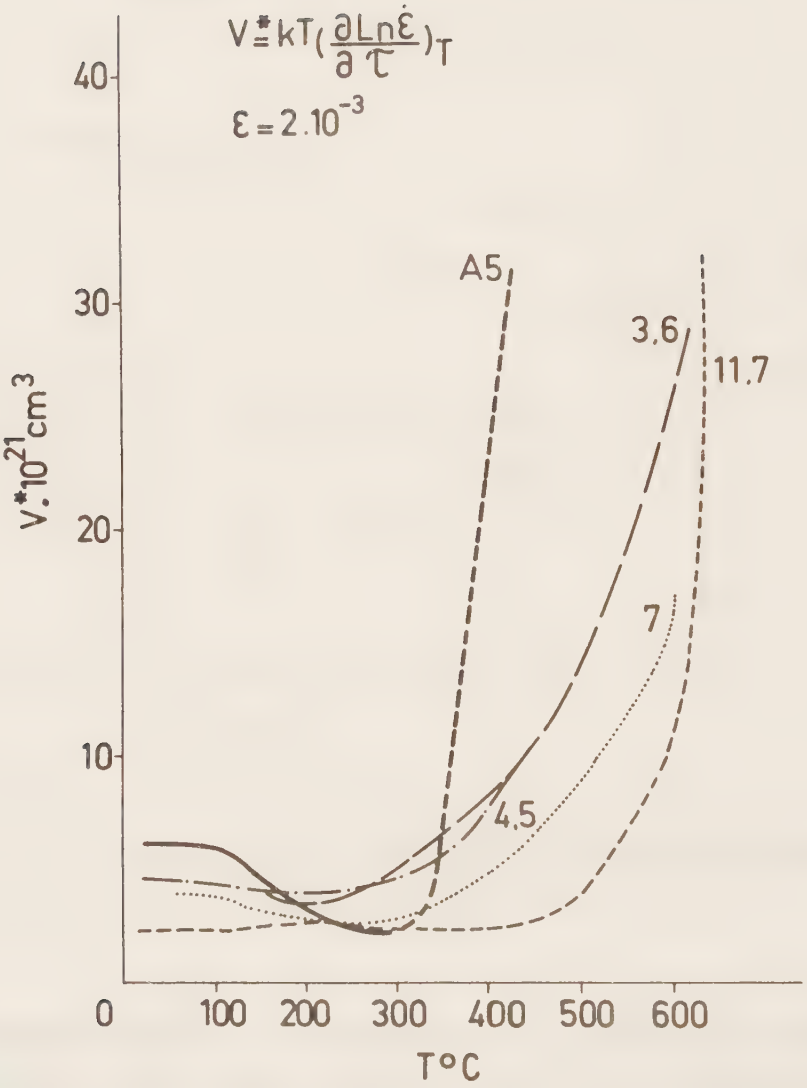

Fig. 5.9. : Variations de v^* avec T. SAP 3,6 - 4,5 - 7,0 - 11,7 et A5. $\dot{\varepsilon} = 2.10^{-3}$.*

* Les valeurs de v^* que nous donnons dans (60-62) sont égales à la moitié des valeurs présentes : nous utilisions $\Delta\sigma$ au lieu de $\Delta\tau$ (cf. (2.2.)).

4. Discussion

Les figures 5.5. et 5.6. d'une part, 5.9. d'autre part, montrent que le SAP et l'aluminium polycristallin présentent des énergie et volume d'activation variant avec la température d'une manière analogue, tant que la température n'excède pas environ 350° C; au-delà de cette température ΔH et v^* pour le SAP s'écartent notablement des valeurs pour l'aluminium et croissent très rapidement avec la température.

Aussi distinguons-nous dans l'analyse de ces résultats deux domaines différents, le second étant marqué par l'apparition de processus spécifiques au SAP.

4.1. Déviation et auto-diffusion

Comme nous l'avons rappelé dans le chapitre des généralités sur la déformation plastique, la déformation des métaux purs à haute température est obtenue par au moins deux processus compétitifs, le glissement, réglé par la déviation des dislocations, et l'auto-diffusion. Il semble que ces deux processus, présents dans l'aluminium, soient conservés dans les alliages du type SAP.

4.1.1. Déviations

Les lois exactes concernant la déviation des dislocations sont actuellement assez mal connues. Il semble que la déviation interviendrait à relativement basses températures et sous fortes contraintes, comme nous l'avons déjà remarqué au chapitre précédent. La vitesse de déformation, réglée par un tel processus, s'écrirait (15) :

$$\dot{\varepsilon} \simeq \text{cte}\ \tau^m \ \exp\left[-\frac{Ud(\tau)}{kT}\right] \qquad (5.1.)$$

où l'énergie d'activation $Ud(\tau)$ serait une fonction décroissante de la contrainte. DORN et JAFFE (66) (67) déterminent pour l'aluminium polycristallin, dans une domaine de température 0°C - 80°C, et pour des contraintes comprises entre 3,8 et 4,5 kg/mm^2, une énergie d'activation voisine de 1,22 eV, attribuée à la déviation. Cet ordre de grandeur est obtenu par nos mesures dans l'A5 et les SAP 3,6 - 4,5 - 8,3, entre 100 et 200°C. Nous pensons donc que la déviation est alors le phénomène prépondérant dans le SAP. Pour des températures inférieures à 100°C, la croissance de ΔH avec T vers les valeurs précédentes, peut s'interpréter comme la mise en parallèle du processus de forêt et de déviation.

Une équation du type 5.1. conduit à un volume d'activation décroissant avec la contrainte ou la déformation, en accord avec la figure 5.8.

Les déviations "normales" des métaux purs sont donc présentes dans le SAP. Elles sont responsables de la courbure de τ (T) au-delà du palier athermique, du stade III de τ (ϵ) et des cellules.

La microscopie électronique précise certains points supplémentaires :

a - la déviation permet aux dislocations d'éviter les particules en changeant de plan de glissement. Par exemple les dislocations dans le plan (111) évitent les particules d'alumine en déviant dans les directions $[\bar{1}10]$ et $[110]$.

b - suivant le mécanisme 3.2., chapitre 1, une dislocation peut franchir une particule située dans son plan de glissement, par déviation de ses parties vis. Le franchissement s'accompagne de formation de crans et d'anneaux prismatiques résiduels au voisinage de la particule.

On peut donc dire que les particules d'alumine "catalysent" le glissement et la déviation des dislocations dans la matrice d'aluminium. Le développement des systèmes de glissement favorise les intersections des dislocations et conduit à un enchevêtrement dense. Les particules d'alumine induisent un durcissement d'écrouissage supérieur à celui du métal pur. Ce fait est évident sur les courbes de traction de la figure 5.1., ainsi que sur la figure 5.10, où l'on a représenté les variations du durcissement d'écrouissage $(d\sigma/d\epsilon)_T$ en fonction de la déformation plastique vraie pour l'aluminium A5 et le SAP 4,5, à 20°C.

4.1.2. Auto-diffusion

L'énergie d'activation de l'A5 croît avec la température à partir de 200° C et se stabilise à 1,7 eV pour les températures supérieures à 300° C, figure 5.6. Cette énergie est voisine de 1,56 eV, énergie d'auto-diffusion dans l'aluminium pur. On déduit que la déformation est alors réglée par la diffusion des lacunes(7). Cette diffusion entraîne la chute thermique τ (T) observée en traction à vitesse constante (47).

Entre 200 et 350°C environ, on mesure ΔH (SAP) = ΔH (A5) ± 0,35 eV, figure 5.6 (sauf pour le SAP 3,6; l'écart est dû, soit à la dispersion des mesures, soit aux processus hautes températures déjà opératifs). Dans ce domaine de température, l'auto-diffusion dans la matrice d'aluminium contrôle donc également la déformation du SAP.

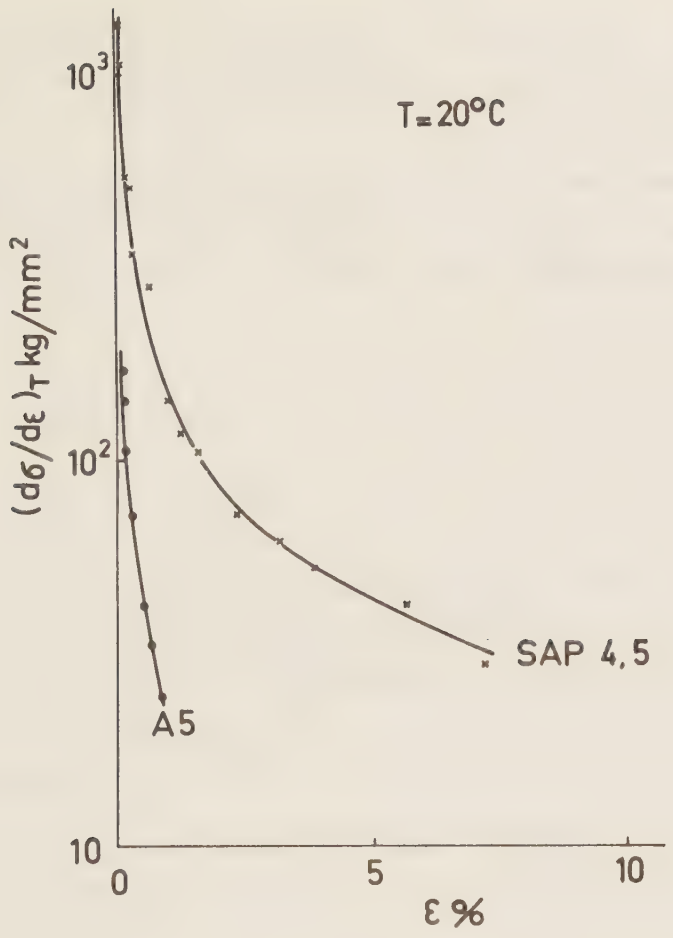

Fig. 5.10. : Variations du durcissement d'écrouissage avec ε, à 20° C. $d\sigma/d\varepsilon$ a été relevé sur des courbes de traction déterminées par extensométrie; un programme de calcul permet d'obtenir à partir de ces courbes des grandeurs telles que σ vraie, ε plastique vraie, $d\sigma / d\varepsilon$.

Les processus atomistiques par lesquels l'auto-diffusion règle le déplacement des dislocations dans l'aluminium ne sont pas actuellement parfaitement connus. Néanmoins la montée des dislocations par diffusion des crans semble assez bien établie, FRIEDEL (15) . La montée des dislocations à vitesse v conduit à une vitesse de déformation :

$$\dot{\varepsilon} = \text{cte} \frac{1}{h} \exp\left(-U_D / kT\right) \text{sh}\left(\frac{nb^3 \tau}{kT}\right) \qquad (5.2.)$$

où U_D est l'énergie d'auto-diffusion, h la hauteur moyenne qu'une dislocation doit monter avant de s'échapper par glissement ou de s'annihiler, et n un facteur de concentration de contrainte.

Si l'échappement des dislocations s'effectue en tête d'empilement sur les particules d'alumine, h doit être de l'ordre de la demi-hauteur d'une particule (1). Pour des empilements sur des barrières intracristallines, h varie comme τ^2 (2).

On tire de (5.2.) :

$$v^* = kT\left(\frac{\partial \mathrm{Ln}\dot{\varepsilon}}{\partial \tau}\right)_T = nb^3 \coth\left(\frac{nb^3\tau}{kT}\right) - \frac{kT}{h} \cdot \frac{dh}{d\tau} \qquad (5.3.)$$

A T donnée, τ croît, donc d'après (5.3.), v^* décroît avec la teneur en alumine : c'est bien ce que l'on observe expérimentalement, figure 5.9. Numériquement, à 300° C et avec n ≃ 3, empilement permis par la distance interparticules v^* est en moyenne de l'ordre de $0{,}2.10^{-21}$ cm^3 pour (1), et $0{,}6.10^{-21}$ cm^3 pour (2), soit des valeurs 7 et 3 fois plus faibles que l'expérience.

La diffusion des dislocations entraîne donc un revenu, qui sera cependant limité par les nombreux obstacles que les dislocations rencontrent (paragraphe 3.2.a., chapitre 3).

4.2. Hautes températures (T > 300° C - 350° C)

Au-dessus de 300-350° C, l'énergie d'activation apparente du SAP est une fonction croissante de la température, ou décroissante de la contrainte; elle atteint à 600° C des valeurs extrêmement élevées, de l'ordre de 17 eV. Les volume d'activation suivent des variations de même allure. La teneur en alumine joue également un rôle, les fortes teneurs semblant retarder dans l'échelle des températures l'activation thermique du processus de déformation. A température donnée le volume d'activation décroît avec la teneur en alumine.

Nous essayons d'envisager des modèles de mécanismes caractérisés par des énergie et volume d'activation importants.

Le glissement des dislocations mobiles peut être fortement gêné d'une part par les arbres attractifs, d'autre part par les particules interceptant le plan de glissement. Nous considérons successivement le franchissement de ces obstacles

4.2.1. Franchissement des arbres attractifs ($\rho_F > \rho_P$)

Si la densité des particules dans le plan de glissement est inférieure à celle des arbres ($\rho_P < \rho_F$), les obstacles sont principalement les arbres. Les arbres dits "attractifs" sont susceptibles de "réagir" avec les dislocations mobiles. Les "réactions" ainsi produites sont extrêmement stables et par suite constituent des obstacles solides à la mobilité des dislocations (AMELINCKX (70) HIRSCH (48)).

Nous revenons brièvement sur ces réactions, par ailleurs considérées au chapitre 4 des basses températures, où elles sont responsables du durcissement athermique.

Soit deux dislocations, de vecteurs de BURGERS $\vec{b}_1$ et $\vec{b}_2$, se rencontrant en O. Si $\vec{b}_1 . \vec{b}_2 < 0$ et s'il existe un vecteur $\vec{b}_3 = \vec{b}_1 + \vec{b}_2 \neq 0$, les dislocations s'attirent et réagissent en formant une dislocation de recombinaison de vecteur de BURGERS $\vec{b}_3$ figure 5.11., a et b. La configuration b, gagnant en énergie de ligne, est plus stable que la configuration a.

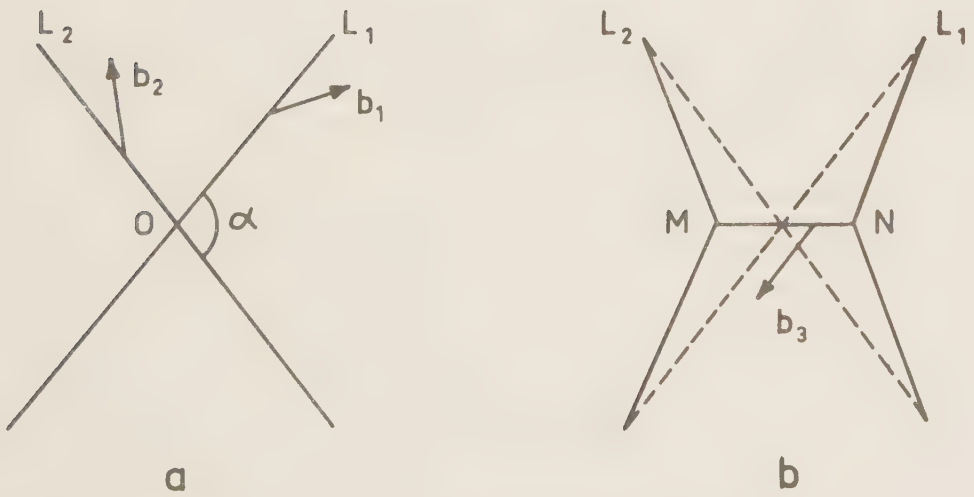

Fig. 5.11. : Réaction entre dislocations attractives.

L_1 perçant le plan de glissement de la dislocation mobile L_2, la réaction va gêner le mouvement de L_2. Sous l'action de la contrainte appliquée et de l'agitation thermique, la configuration va se modifier et peut conduire au franchissement de L_1 par L_2. SAADA (49) a étudié en détail cette réaction et les contraintes internes résultantes. Nous considérerons ici l'énergie correspondant à un tel franchissement.

4.2.1.1. Energie d'activation

Nous nous limitons au cas simple où la dislocation mobile est parallèle à l'intersection des plans de glissement. Nous supposons que L_1 est fixée en A et B, L_2 en C et D, AB et CD se coupant en O : figure 5.12. Nous posons en outre CD = 2 AB = 4 l . φ est l'inclinaison de l'arbre AB sur CD.

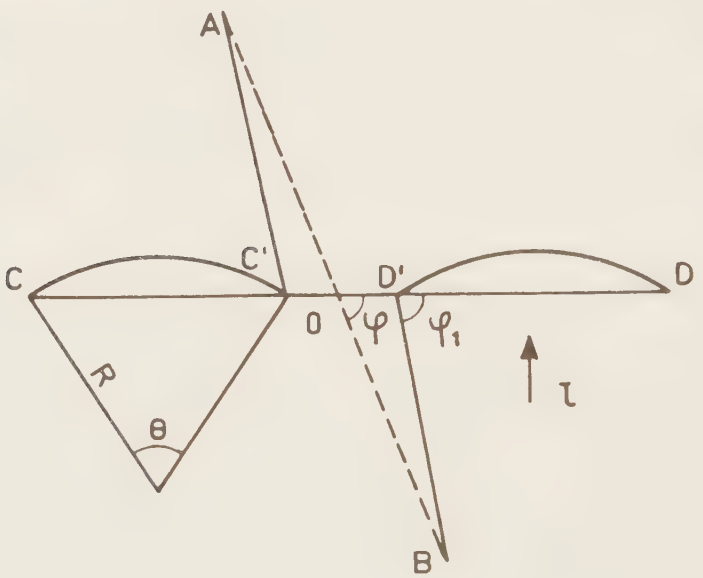

Fig. 5.12

Sous l'action d'une contrainte appliquée τ , la dislocation CD prend dans son plan de glissement une position d'équilibre. SAADA a étudié ces positions en fonction de τ , et la condition de rupture de cet équilibre. Il aboutit à la conclusion qu'à contrainte appliquée croissante, l'équilibre est détruit avant que l

dislocation de recombinaison C'D' n'ait complètement disparu, pour les inclinaisons $\varphi < 50°$; pour $\varphi > 50°$ le franchissement n'a lieu qu'après destruction de la dislocation C'D'.

Une contrainte τ_e étant appliquée, il est possible dans tous les cas de calculer l'énergie nécessaire au franchissement, c'est-à-dire l'énergie thermique d'activation.

En faisant certaines approximations, SAADA (49) donne comme expression de cette énergie :

$$\Delta H \simeq \frac{8}{9} \mu b^3 \left(\frac{21}{b} \right) \left(\gamma_m - \gamma_e \right) \left(x'_m - x'_e \right) \qquad (5.4.)$$

où $x' = \frac{x}{2\,l}$ et $\gamma = \frac{\tau}{\mu b/2l}$. x est la flèche des arcs mobiles. γ_e et x'_e sont relatifs à la contrainte initiale appliquée τ_e . γ_m et x'_m sont relatifs à la position d'échappement. (5.4.) n'est valable que si τ_e est petit et en assimilant les variations $\gamma - x'$ à des fonctions paraboliques. D'autre part, (5.4.) est établie en supposant que les positions successives des arcs mobiles sont des positions d'équilibre. Un calcul plus rigoureux de ΔH est donné en annexe 4.

Nous avons calculé numériquement (5.4.) pour différentes valeurs de φ et de τ_e , en utilisant les variations $\gamma - x'$ de (49) . Les variations de ΔH avec τ_e ainsi obtenues sont portées sur la figure 5.13.

On constate que les arbres faiblement inclinés (φ grand) sont franchis par les dislocations mobiles plus facilement que les arbres fortement inclinés (φ petit).

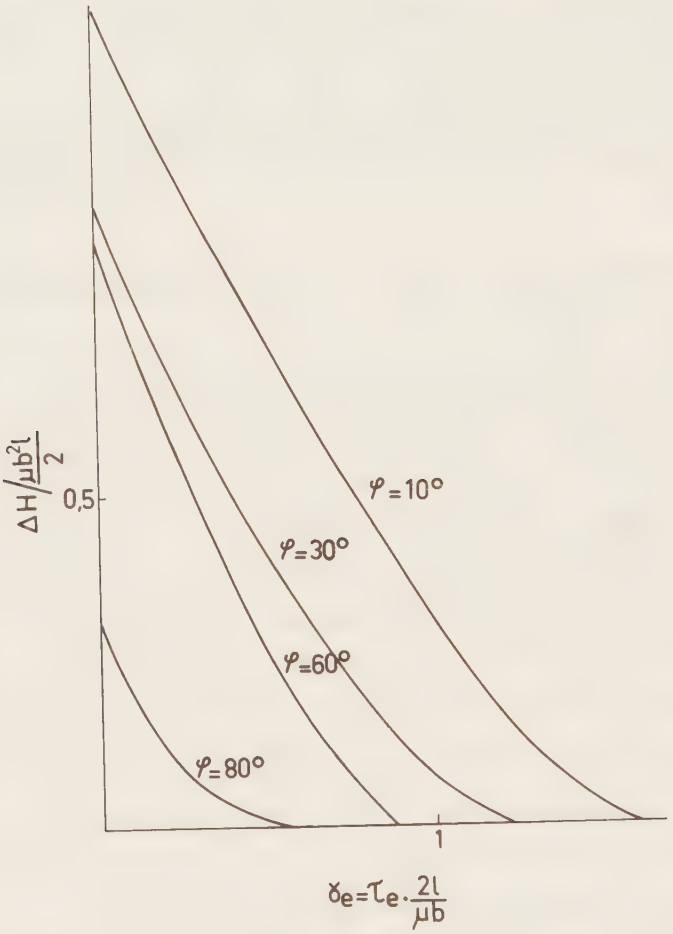

Fig. 5.13. : Variations de ΔH avec la contrainte appliquée, pour différentes valeurs de φ .

4.2.1.2. Comparaison avec l'expérience

A partir des courbes précédentes, on doit calculer ΔH pour les valeurs de l probables dans le SAP.

En toute rigueur , il est donc nécessaire de déterminer à haute température la densité des dislocations. La microscopie électronique fournit ρ_F, d'où $\rho_{FA} = \frac{1}{2}\rho_F = \left(\frac{1}{4l}\right)^2$, ρ_{FA} étant la densité des arbres attractifs. La microscopie est cependant imprécise.

Le cas limite d'application de ce modèle est $\rho_{FA} = \rho_P$. Il correspond à l'épinglage en C et D de la dislocation mobile par deux particules d'alumine : CD = 4 l = $2\overline{R}_s$. Nous avons évalué ΔH dans ce dernier cas pour les valeurs de $2\overline{R}_s$ calculées au chapitre 3 : figure 5.14.

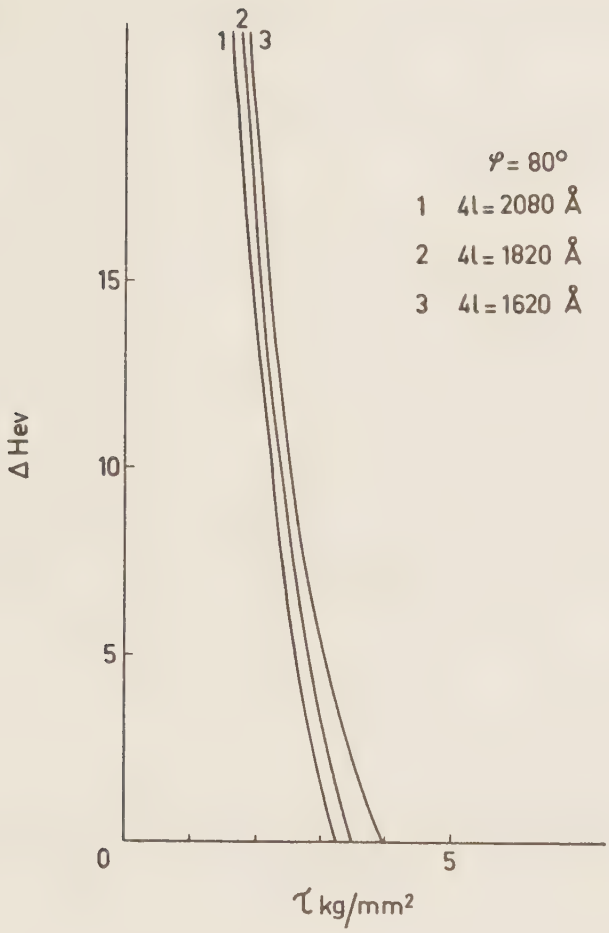

Fig. 5.14. : Variations $\Delta H - \tau$ pour les SAP 4 (1) - 7 (2) et 10 (3). $\varphi = 80°$.

Les énergies d'activation obtenues sont élevées, comme dans le calcul effectué en annexe 4. Nous déterminons à partir de ces courbes les volumes d'activation par $v^* = - d\Delta H / d\tau$. Nous donnons dans la table 5.1. des valeurs de v^* pour ΔH compris entre 2,5 et 5 eV, d'une part calculées pour $\varphi = 80°$ par la présente méthode et la méthode plus rigoureuse de l'annexe 4, d'autre part expérimentales.

4 l Å	v^* (calcul 4.2.1.1.) cm^3	v^* (calcul annexe 4) cm^3	v^* (expérimental) cm^3
2080 (SAP 4)	$15,5.10^{-20}$	5.10^{-20}	$1,2.10^{-20}$
1820 (SAP 7)	$14,0.10^{-20}$	$2,34.10^{-20}$	$1,0.10^{-20}$
1620 (SAP 10)	$12,6.10^{-20}$	$1,5.10^{-20}$	$0,7.10^{-20}$

T a b l e 5.1.

VALEURS DE v^* POUR ΔH COMPRIS ENTRE 2,5 ET 5 EV. Les v^* calculés sont relatifs à $\varphi = 80°$

Si les volumes d'activation de la colonne 2 sont trop forts, les volumes de la colonne 3 sont en bon accord avec l'expérience, tant en valeur absolue qu'au point de vue variation avec la teneur en alumine.

Pour le SAP4, on a déterminé par microscopie une densité de dislocations à 500°C de $7.10^9 cm^{-2}$; on en déduit $\rho_{FA}^{-1/2} = 4\ l \simeq 1650$ Å. Le calcul de l'annexe 4 donne alors $v^* \simeq 1,5.10^{-20} cm^3$, alors que v^* expérimental à 500°C pour le SAP 4 est de $1,4.10^{-20} cm^3$.

L'accord avec l'expérience, pour l'énergie comme pour le volume d'activation, est donc bon, pour les arbres fortement inclinés. Les arbres faiblement inclinés ne donnent des valeurs activables de l'énergie que pour des contraintes élevées, supérieures à l'expérience.

Enfin il serait intéressant d'étendre ce modèle, c'est-à-dire de le calculer dans les cas où la dislocation mobile n'est pas parallèle à l'intersection des plans de glissement et où le rapport CD/AB est différent de 2.

4.2.2. Franchissement des particules ($\rho_P > \rho_F$)

Ce processus ne peut être effectif que si la densité des particules dans le plan de glissement est supérieure à celle des arbres ($\rho_P > \rho_F$). La diffusion des dislocations doit permettre de réaliser partiellement cette condition à haute température.

Rencontrant des particules situées dans son plan de glissement, la dislocation mobile prend, sous l'action de la contrainte appliquée τ , une position d'équilibre courbée ABB'A', figure 5.15. (les particules étant plus dures que la matrice, l'ancrage est du type de la figure 1.3.).

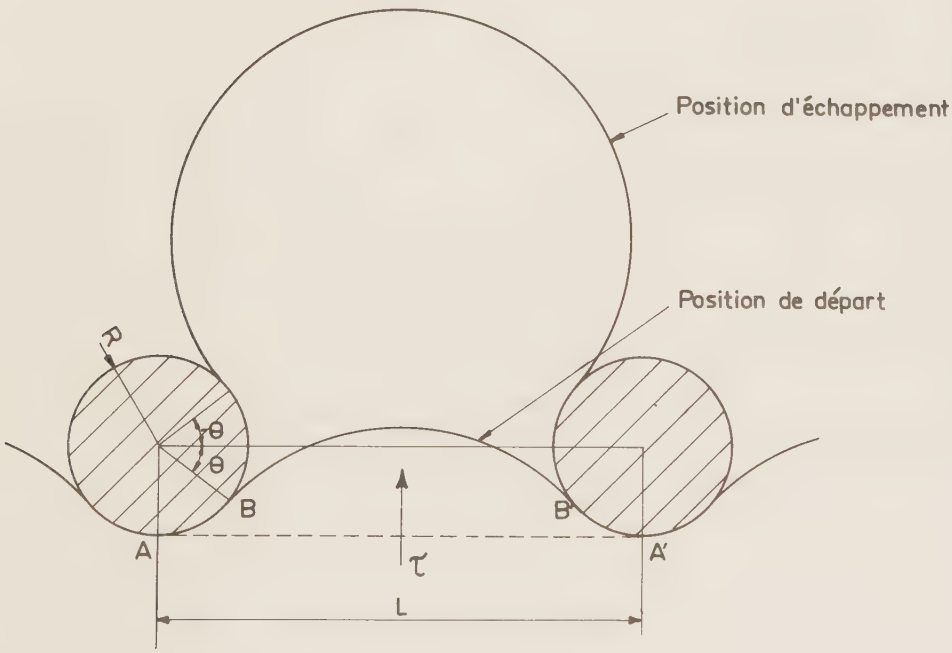

Fig. 5.15. : Franchissement des particules par glissement .

Sous l'action de l'agitation thermique, l'arc de dislocation passe par une position critique ACC'A', correspondant à un maximum d'énergie. Au-delà l'arc se développe comme dans le fonctionnement d'une source de FRANK-READ, franchissant les particules par glissement. Le passage s'accompagne d'anneaux résiduels laissés autour des particules.

Le mécanisme est considéré en détail en annexe 5. Il ne rend pas complètement compte de l'expérience : l'énergie d'activation calculée est élevée, mais les volumes d'activation sont beaucoup plus forts que les volumes mesurés à haute température.

4.2.3. Mécanismes en parallèle

Les deux mécanismes envisagés ne satisfont pas complètement l'expérience. Le franchissement des particules conduit à des volumes d'activation trop élevés. Le franchissement des arbres attractifs fortement inclinés est satisfaisant, mais l'intervention de tous les arbres dans une moyenne pondérée l'est moins.

De toute façon, on voit mal comment le facteur de fréquence, aussi élevé soit-il par la présence d'une forte densité de dislocations mobiles, peut compenser la très faible probabilité de saut due aux énergies d'activation (cf. par exemple éq. A.5.3.).

Dans ce domaine des hautes températures la diffusion est également effective, si bien que la déformation n'est certainement pas réglée par un mécanisme unique.

Si l'on considère la mise en parallèle de deux mécanismes, la montée des dislocations par diffusion et l'un des deux franchissements par glissement, on peut calculer ΔH (par (1.3.)) et v^* (par (1.7.)) à partir de (1.2.). On montre alors facilement que ΔH et v^* sont toujours intermédiaires entre les énergie et volume d'activation des deux mécanismes considérés, donc en meilleur accord avec les valeurs mesurées.

5. Influence de la taille du grain

L'analyse de l'influence de la dimension des grains sur les propriétés mécaniques du SAP est rendue difficile par l'inhibition de la croissance des grains par les particules d'alumine. Il est vain dans ces conditions de se ménager une étude exhaustive de cette influence.

Nous nous limitons à la comparaison du SAP 4 extrudé et pratiquement recristallisé; la recristallisation, possible seulement pour les faibles teneurs en alumine (< 6% en poids), n'est obtenue qu'après écrouissage à froid (laminage 92 %) et traitement thermique (3 heures à 620°C) violents; la dimension moyenne des grains est alors de l'ordre de 80 μ .

Les essais mécaniques réalisés sont des essais de traction à vitesse constante sur éprouvettes plates. Les variations avec la température de la contrainte à la rupture, de la contrainte à $\epsilon = 2.10^{-3}$ et de l'allongement réparti, sont représentées sur les figures 5.16. et 5.17.

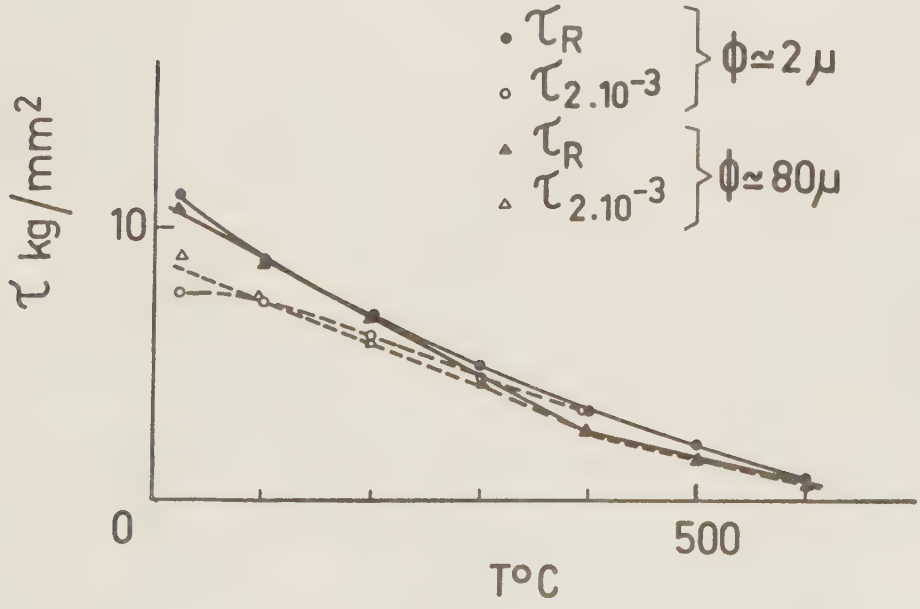

Fig. 5.16. : Variations de σ_R (contrainte à la rupture) et de $\sigma_{\epsilon = 2.10^{-3}}$ pour le SAP 4 (lot 830), avec la température. 2 tailles de grains, 2μ et 80μ . $\dot{\epsilon} = 1{,}6.10^{-3}\ s^{-1}$.

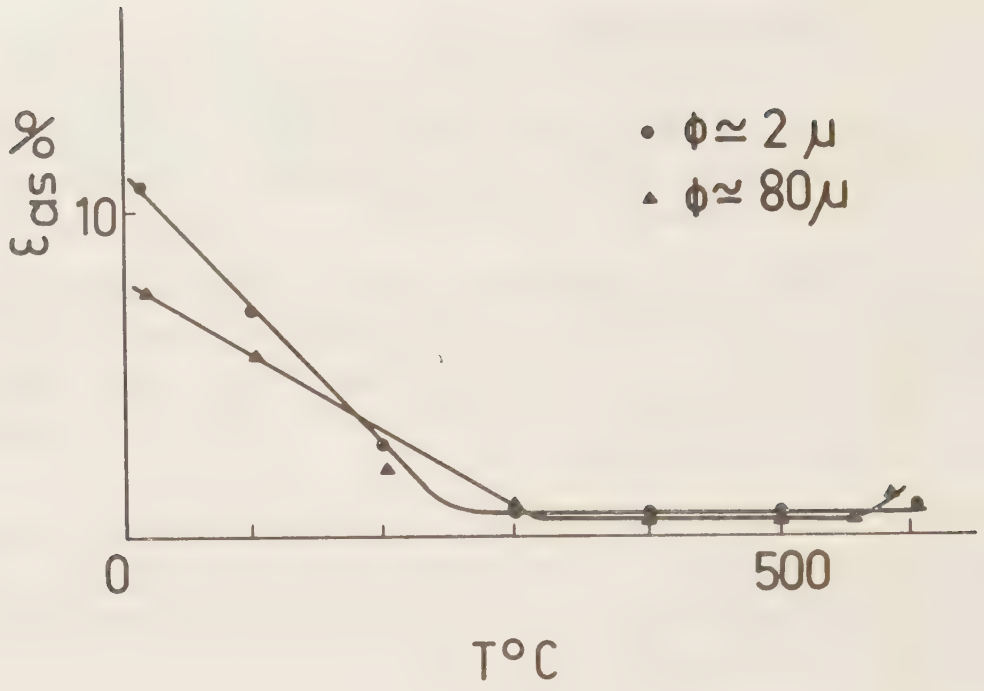

Fig. 5.17 : Allongement avant striction en fonction de la température.

La faible valeur des écarts observés nous amène à conclure que la dimension des grains présente peu d'influence sur la résistance à la traction. HEIMENDAHL et THOMAS parviennent à la même conclusion pour les alliages TD-Ni (71).

6. Microscopie électronique

Les lames sont découpées dans des éprouvettes tractionnées à une température T, et refroidies normalement à l'ambiante.

6.1. SAP 4,5 déformé en tension à 350° C

La densité des dislocations est encore élevée par rapport au matériau initial.

Des boucles résiduelles, probablement de nature prismatique, sont fréquemment observées au voisinage des particules d'alumine, pouvant confirmer l'existance de déviations du type HIRSCH (paragraphe 4.1.1.b.) : figure 5.18.

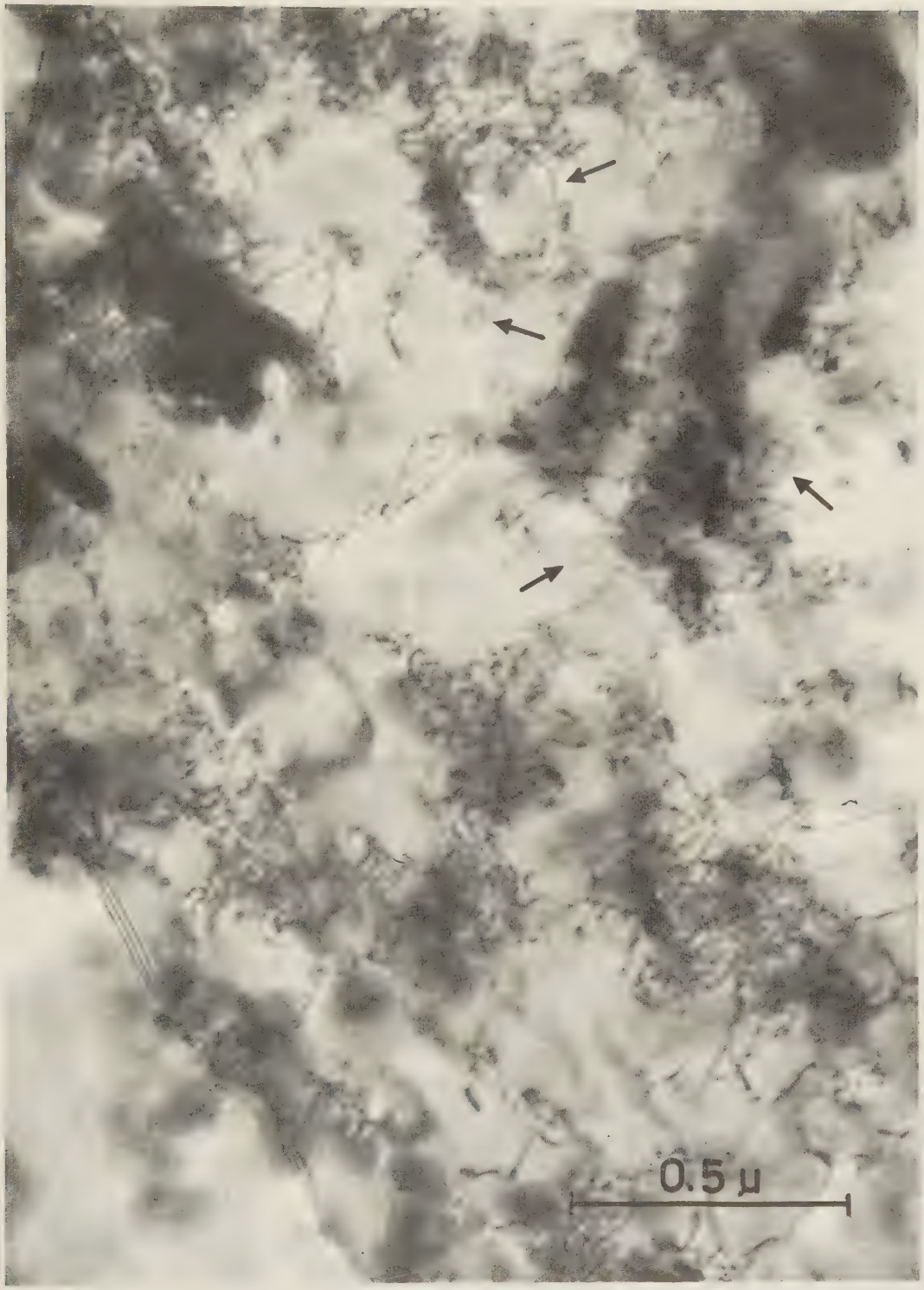

Fig. 5.18. : SAP 4,5 déformé à 350° C . $\dot{\varepsilon} = 2.10^{-3}$.
Présence de boucles au voisinage des particules d'alumine.

6.2. SAP 4,5 déformé en tension à 500° C

Après déformation à 500° C, la densité des dislocations est dans certains grains égale ou même inférieure à celle du SAP initial, figure 5.19 a. Le revenu par diffusion peut intervenir pendant le temps de chauffe suffisamment important de mise en température de l'éprouvette tractionnée. Dans d'autres grains, au contraire, la densité est restée élevée, certainement à cause d'un blocage plus efficace par les particules d'oxyde : figure 5.19.b.

Les conditions favorables aux deux modèles que nous avons développés pour les températures supérieures à 350° C semblent donc remplies.

a - modèle 4.2.2. : des ancrages de dislocation sur particules d'oxyde, correspondant au modèle 4.2.2. sont fréquemment observés sur les figures 5.19.b et 5.20. La micrographie 5.20 est relative à du SAP 1,4 (origine ALCOA) préalablement recristallisé et qui possède par conséquent une densité de dislocations bien inférieure à la densité des particules. Des boucles autour des particules ne sont cependant pas observées; si elles sont formées au cours du franchissement des particules par la dislocation, l'auto-diffusion est suffisamment importante à 500° C pour qu'elles s'annihilent par montée.

b - modèle 4.2.1. : dans les grains à densité de dislocations suffisamment élevée, des configurations décrites au paragraphe 4.2.1. sont observées : figure 5.21., en A et B.

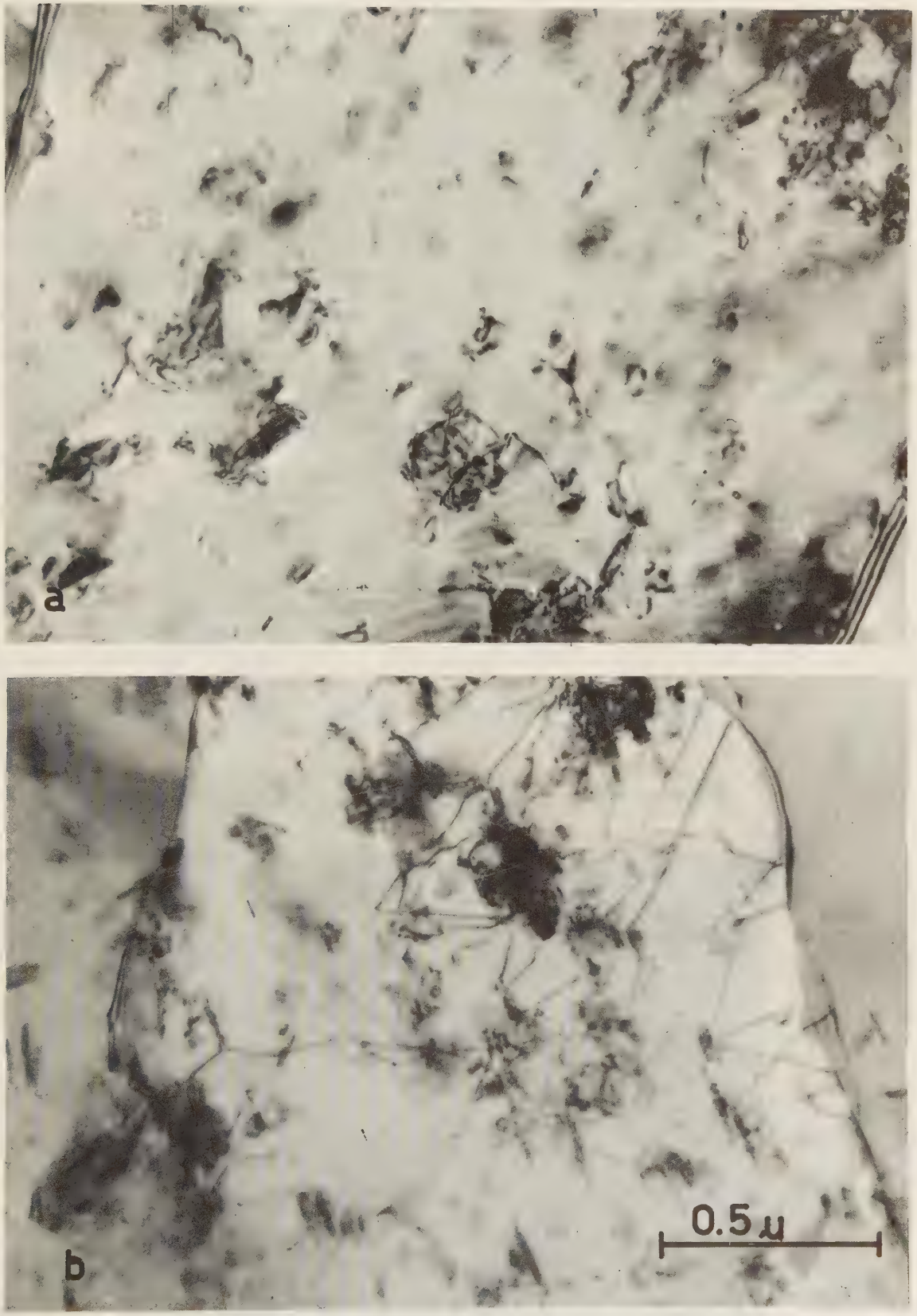

Fig. 5.19 : SAP 4,5 déformé à 500° C. $\epsilon = 2 \cdot 10^{-3}$
a) grain pauvre en dislocations
b) grain riche en dislocations.

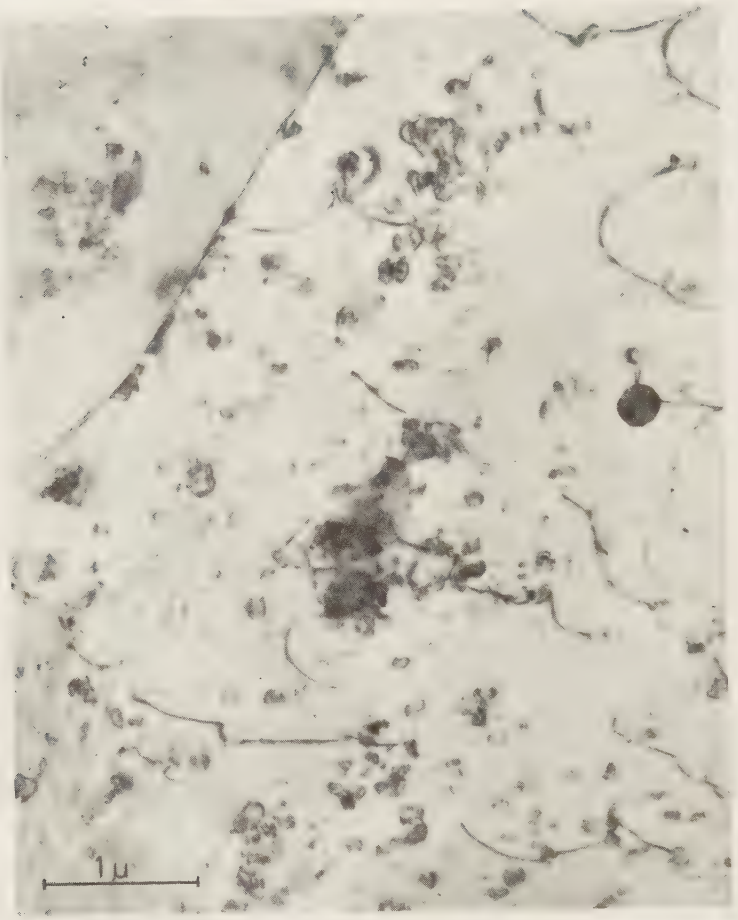

Fig. 5.20. : SAP 1,4 (ALCOA) recristallisé.

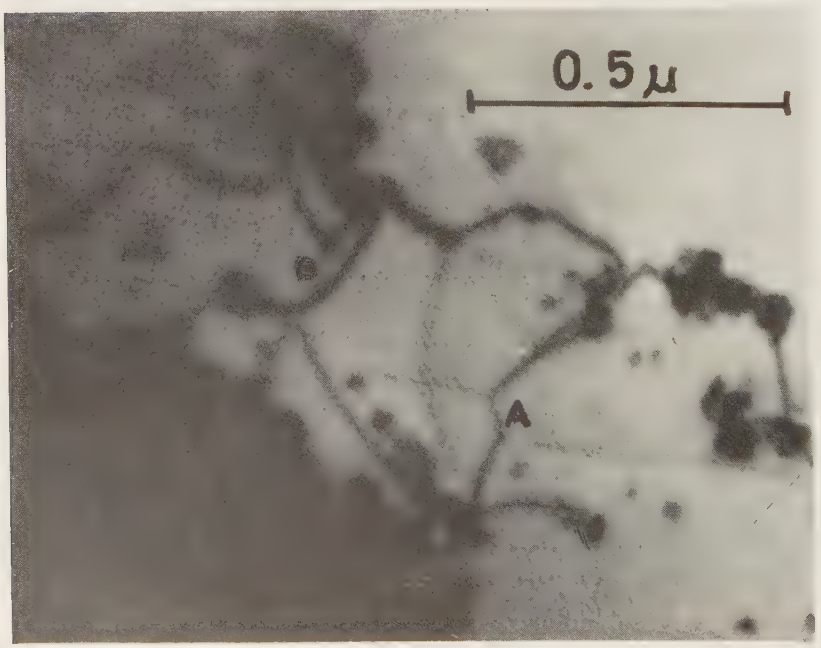

Fig. 5.21. : SAP 4,5 déformé à 500°C. $\epsilon = 2.10^{-3}$.

CHAPITRE 6

CONCLUSIONS

L'analyse des propriétés mécaniques du SAP, principalement axée sur des essais de traction à vitesse constante, nous a permis d'approcher dans cette étude les mécanismes de déformation plastique de cet alliage à phase dispersée. La microscopie électronique par transmission nous a offert d'une part la possibilité de contrôler les mécanismes envisagés, d'autre part a apporté des informations complémentaires.

Après l'étude de la structure de l'alliage, où l'incohérence des particules d'alumine est mise en évidence, nous avons été amenés à considérer différents processus de déformation.

6.1. A basses températures, de -196° C à environ + 20° - 100° C, le passage des dislocations mobiles à travers la "forêt" explique bien les résultats expérimentaux, comme dans l'aluminium pur : l'analyse des courbes contrainte de cisaillement - température suivant le modèle de la "forêt", la détermination de l'interaction élastique entre un arbre répulsif et une dislocation mobile, la mesure de l'énergie d'activation au-dessus de Tc, permettent de tirer cette conclusion.

Le durcissement d'écrouissage élevé du SAP est dû d'une part, à une densité initiale des dislocations importante, d'autre part à une multiplication rapide de ces dislocations avec la déformation plastique (multiplication attribuable indirectement aux particules d'oxyde).

A forte déformation, les contraintes élevées initient des déviations et un stade net de diffusion, déterminant un revenu à relativement basse température.

A déformation croissante les dislocations ont tendance à constituer une sous-structure en cellules. La taille moyenne des cellules est de l'ordre de la distance interparticules. Il semble que ces cellules apparaissent en même temps que les déviations, et y trouvent leur origine.

Le comptage des dislocations dans des lames minces est en bon accord, à faible déformation, avec les densités obtenues à partir des volumes d'activation du

processus de forêt. A forte déformation les volumes d'activation donnent la densité dans les parois des cellules.

Les impuretés atomiques ne sont pas responsables du durcissement.

6.2. A hautes températures, supérieures à 20-100°C pour $\epsilon = 2.10^{-3}$, divers processus interviennent successivement. Le glissement (déviation des dislocations vis) ainsi que la diffusion des lacunes, règlent la déformation dans la matrice d'aluminium jusqu'à environ 350°C, déterminant le chute thermique de la contrainte.

Outre les déviations valables par ailleurs dans les métaux purs, deux modes de déviation peuvent être envisagés : la dislocation, en changeant de plan de glissement, choisit un chemin "facile" entre les particules d'oxyde; la dislocation peut franchir une particule par déviation de ses parties vis. Les intersections résultantes durcissent l'alliage.

La diffusion des lacunes entraîne la montée des dislocations dans la matrice d'aluminium et conduit à un revenu limité.

Au-dessus de 350°C, l'énergie d'activation du SAP croît rapidement et atteint des valeurs extrêmement importantes; nous avons recours à deux modèles pour justifier ces résultats : quand la densité des dislocations est devenue inférieure à la densité des particules d'alumine, par suite du revenu, les dislocations mobiles sont bloquées par les particules; quand la densité des dislocations reste supérieure à celle des particules, des réactions de recombinaison entre dislocations attractives peuvent constituer les obstacles principaux; pour les deux types d'obstacles, le calcul de l'énergie thermique d'activation de la dislocation mobile satisfait partiellement les résultats expérimentaux. L'action en parallèle de la montée des dislocations et des franchissements d'obstacles semble raisonnable. Des modèles plus complexes sont peut-être à envisager, mais la qualité non "idéale" du SAP peut intervenir dans les différences observées.

A N N E X E 1

Elaboration du SAP

Différentes firmes fabriquent actuellement le SAP :

I.S.M.L. - Istituto Sperimentale dei Metalli Leggeri, Novara, Italie.
A.I.A.G. - Aluminium Industrie A.G., Neuhausen, Suisse.
A.L.C.O.A.- Aluminium Co. of America, Pittsburgh.

Le SAP utilisé ici est fabriqué par I.S.M.L. suivant un procédé de frittage-extrusion classique. Le produit de départ est une poudre d'aluminium commercial (pureté 99,5 %) oxydée superficiellement suivant différents taux, voisins de 4, 7, 10 et 14 % en poids d'alumine. Ces poudres subissent un compactage à froid (2 tonnes/cm^2), un traitement thermique de dégazage (qui permet d'obtenir une teneur faible en hydrogène), un traitement thermique de stabilisation, une compression à chaud (5 tonnes/cm^2), et finalement deux extrusions (rapports : 1,85 et 40). Le produit fini se présente sous forme d'une fine dispersion de particules d'alumine dans l'aluminium, provenant du broyage des minces films d'oxyde de la poudre initiale.

A N N E X E 2

Comptage de N_s et N_1

Dans ce comptage nous distinguons une particule isolée d'un "obstacle" : un obstacle est soit une particule isolée, soit un amas. On compte d'une part le nombre d'obstacles, d'autre part le nombre total des particules, obtenu en ajoutant au nombre de particules isolées le nombre des particules constituant les amas (cette dernière opération est réalisée au microdensitomètre).

Les résultats sont exploités de la façon suivante :

On a porté sur un graphique le nombre d'obstacles en fonction du nombre total de particules, figures A.2.1. et A.2.2.

On constate sur ces deux graphiques la non existence de régions dépourvues d'amas (tous les points représentatifs sans exception sont tels que N particules > N obstacles).

Il semble d'autre part que le nombre N_s d'obstacles reste en moyenne constant: dans les régions où le nombre total de particules est plus élevé, les amas sont plus gros, et en moyenne le nombre d'obstacles reste constant.

N_1 est plus sensible à l'hétérogénéité que N_s : une dispersion de particules isolées aurait, par intersection avec la première bissectrice, un N_1 minimum de $1,66/\mu$; une dispersion d'amas à deux particules conduit à un N_1 de $3,5/\mu$.

Il est raisonnable de choisir pour N_s la moyenne du nombre d'obstacles, et pour N_1 une valeur de N_1 obstacles dans une région de population dense plus proche possible de la première bissectrice, point A figure A.2.2. (obstacles à 1,5 particule , ayant une bonne probabilité de se comporter comme des particules isolées); soit finalement :

$$N_s = 2,9.10^9 / cm^2, \qquad N_1 = 2,5.10^4 / cm.$$

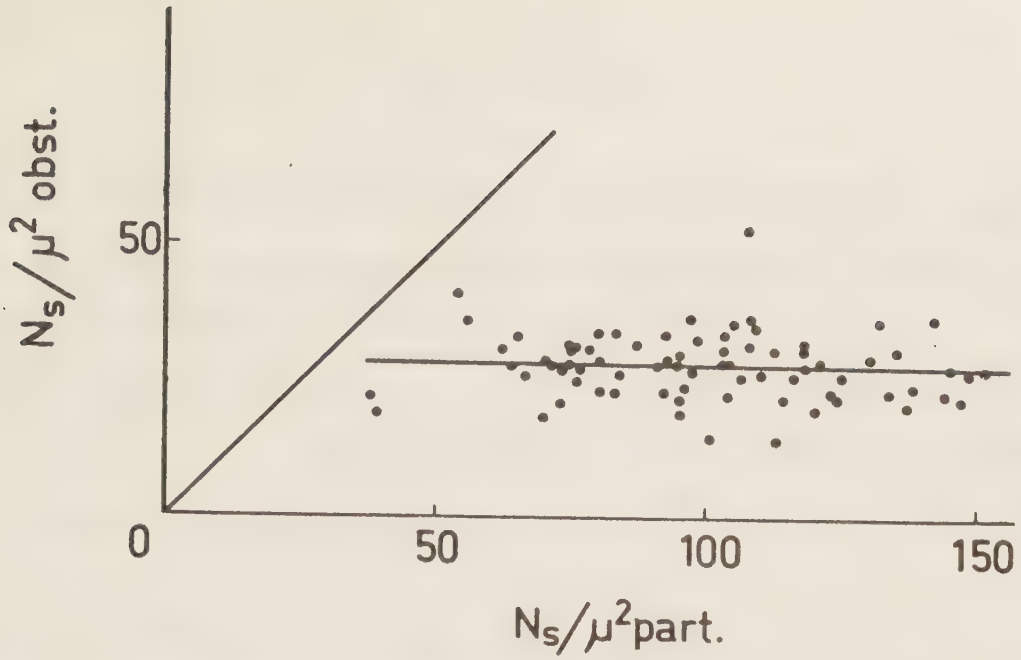

Fig. A.2.1. : N_s/μ^2 obstacles en fonction de N_s/μ^2 particules, SAP 4. Chaque point du graphique est relatif à un carré de 1 μ^2, pris au hasard sur la réplique d'un échantillon. On a groupé sur le même graphique les points des divers échantillons.

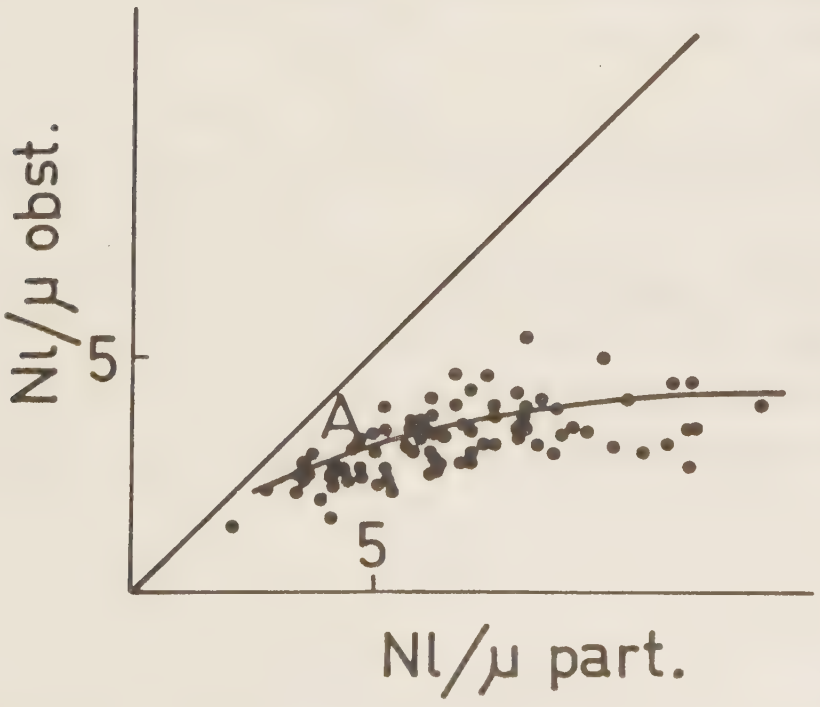

Fig. A.2.2. : N_1/μ obstacles en fonction de N_1/μ particules, SAP 4.

ANNEXE 3

Durcissement des impuretés

Le durcissement introduit par les impuretés varie théoriquement avec la dilution de la solution solide (53-54) . Un indice n affecte le terme (1-T/Tc) de (4.2.);la théorie donne n = 1 et n = 1,5 suivant que la concentration c des impuretés est supérieure ou inférieure à 10^{-4}. FRIEDEL(54) calcule dans chaque cas l'énergie d'activation et le volume d'activation.

Nous avons ici ($c > 10^{-4}$) :

$$\Delta H = -k\left(\frac{\partial \mathrm{Ln}\dot{\varepsilon}}{\partial 1/T}\right)_{\tau} \simeq \frac{U_M}{2}\cdot\frac{T}{Tc} \qquad \text{pour } T \leq Tc \quad (A.3.1.)$$

$$v^{*} = kT\left(\frac{\partial \mathrm{Ln}\dot{\varepsilon}}{\partial \tau}\right)_{T} \simeq \frac{\alpha b^{3}}{2c} \qquad \text{pour } T \leq Tc \quad (A.3.2.)$$

α est compris entre 1/3 et 1/2. U_M est l'énergie de liaison avec l'impureté et est de l'ordre de $0,5\mu b^{3}\eta$, où η est le facteur de taille impureté-matrice.

Nos résultats expérimentaux contredisent (A.3.1.) et (A.3.2.) :

a - dans la mesure où le facteur de taille de l'impureté est connu, on peut estimer grossièrement l'énergie d'activation vraie, $U_M / 2$. On trouve dans tous les cas des valeurs très inférieures à $2U_{fc} \simeq 0,35$ eV ($U_M/2 < 0,12$ eV).

b - (A.3.2.) prévoit un volume d'activation indépendant de la température, en contradiction avec l'expérience. D'autre part, la teneur en impuretés, pratiquement constante pour le SAP et l'A5, ne justifie pas les différences observées entre les volumes d'activation mesurés.

Enfin le durcissement maximum, de l'ordre de $0,25\ \mu\eta c$, est très inférieur aux valeurs expérimentales de $\tau_M - \tau_i$.

A N N E X E 4

Energie d'activation du franchissement des arbres attractifs

Nous supposons dans ce calcul que la dislocation mobile est toujours parallèle à l'intersection des plans de glissement : fig. 5.12.

Nous posons :

$$CD = 2AB = 4l$$
$$C'D' = 2l'$$

La configuration est caractérisée par les paramètres

$$2l,\ 2l',\ \tau,\ R,\ \theta,\ \varphi,\ \varphi_1 .$$

$2l, \varphi, \tau$ étant fixés, et compte tenu des relations géométriques

$$l' = l\,\frac{\sin(\varphi_1-\varphi)}{\sin\varphi_1} \qquad \text{(A.4.1.)}$$

$$l' + 2R\sin\frac{\theta}{2} = 2l \qquad \text{(A.4.2.)}$$

l'énergie E de la configuration peut être exprimée en fonction de deux paramètres, soit R et θ . E s'écrit :

$$E = t\mathfrak{L} - \tau bs$$

où $\mathfrak{L}$ est la longueur totale de la configuration et s l'aire balayée par les arcs mobiles CC' et DD'. Par suite :

$$E(R,\theta) = t\left(2R\theta + 2l\,\frac{\sin\varphi}{\sin\varphi_1} + 2l'\right) - \tau bR^2(\theta-\sin\theta) \qquad \text{(A.4.3.)}$$

Nous cherchons les positions de départ et d'échappement de la dislocation mobile CD, c'est-à-dire les valeurs de R et θ satisfaisant le système :

$$\frac{\partial E}{\partial\theta} = 0 \qquad \frac{\partial E}{\partial R} = 0 \qquad \text{(A.4.4.)}$$

De (A.4.1.), (A.4.2.), (A.4.3.), il vient :

$$\begin{cases} \dfrac{\partial E}{\partial \frac{\theta}{2}} = 4tR\left[1 + \cos\frac{\theta}{2}\left(\cos\varphi_1 - 1\right)\right] - 4\tau bR^2 \sin^2\frac{\theta}{2} = 0 \\ \dfrac{\partial E}{\partial R} = 4t\left[\frac{\theta}{2} + \sin\frac{\theta}{2}\left(\cos\varphi_1 - 1\right)\right] - 2\tau bR\,(\theta - \sin\theta) = 0 \end{cases} \qquad (A.4.5.)$$

avec :

$$tg\varphi_1 = \frac{1\sin\varphi}{1\cos\varphi - 2l + 2R\sin\frac{\theta}{2}}$$

On peut remplacer le système (A.4.5.) par un système équivalent :

$$\begin{cases} \left(\dfrac{\partial E}{\partial \frac{\theta}{2}}\right)\sin\frac{\theta}{2} - \left(\dfrac{\partial E}{\partial R}\right) R\cos\frac{\theta}{2} = 0 \\ \left(\dfrac{\partial E}{\partial R}\right) = 0 \qquad\qquad \sin\frac{\theta}{2} \neq 0 \end{cases} \qquad (A.4.5')$$

ou :

$$\begin{cases} \left(\dfrac{\partial E}{\partial \frac{\theta}{2}}\right)\sin\frac{\theta}{2} - \left(\dfrac{\partial E}{\partial R}\right) R\cos\frac{\theta}{2} = 0 \\ \left(\dfrac{\partial E}{\partial \frac{\theta}{2}}\right) = 0 \qquad R \neq 0 \quad \cos\frac{\theta}{2} \neq 0 \end{cases} \qquad (A.4.5'')$$

Les systèmes (A.4.5') et (A.4.5") sont avantageux, car :

$$\left(\frac{\partial E}{\partial \frac{\theta}{2}}\right)\sin\frac{\theta}{2} - \left(\frac{\partial E}{\partial R}\right) R\cos\frac{\theta}{2} = 4R\left(\sin\frac{\theta}{2} - \frac{\theta}{2}\cos\frac{\theta}{2}\right)(t - \tau bR)$$

admet les racines $R = 0$, $R = t/\tau b$ et $\frac{\theta}{2} = 0$

Le système (A.4.5') devient par suite :

$$\begin{cases} R = t/\tau b \qquad\qquad \sin\frac{\theta}{2} \neq 0 \\ 4t\left[\frac{\theta}{2} + \sin\frac{\theta}{2}\left(\cos\varphi_1 - 1\right)\right] - 2\tau bR\,(\theta - \sin\theta) = 0 \end{cases} \qquad (A.4.6.)$$

$R = 0$ n'ayant pas de sens physique.

Soit finalement :

$$\sin\frac{\theta}{2}\left[\cos\varphi_1 + \cos\frac{\theta}{2} - 1\right] = 0 \qquad \sin\frac{\theta}{2} \neq 0 \qquad (A.4.7.)$$

Le système (A.4.5") conduit à :

$$\cos\frac{\theta}{2}\left[\cos\varphi_1 + \cos\frac{\theta}{2} - 1\right] = 0 \qquad \cos\frac{\theta}{2} \neq 0 \qquad (A.4.8.)$$

Les valeurs de θ annulant simultanément les deux dérivées partielles sont donc les racines de $\cos\varphi_1 + \cos\frac{\theta}{2} - 1 = 0$, relation qui traduit en fait l'équilibre des points triples C' et D'. La position d'échappement est donc aussi une position d'équilibre, mais instable.

On a étudié les variations de $(\partial E/\partial\frac{\theta}{2})_{R = t/\tau b}$ qui admet les mêmes racines que (A.4.8.); ceci permet de représenter par la même occasion la surface E (R, θ) dans le plan $R = t/\tau b$.

$$\left(\frac{\partial E}{\partial\frac{\theta}{2}}\right)_{R = t/\tau b} = \frac{4t^2}{\tau b} \cdot \cos\frac{\theta}{2}\left(\cos\varphi_1 + \cos\frac{\theta}{2} - 1\right)$$

s'annule trois fois pour $0 \leq \theta/2 \leq \Pi/2$. E (R, θ) prend alors l'allure indiquée sur la figure A.4.1.

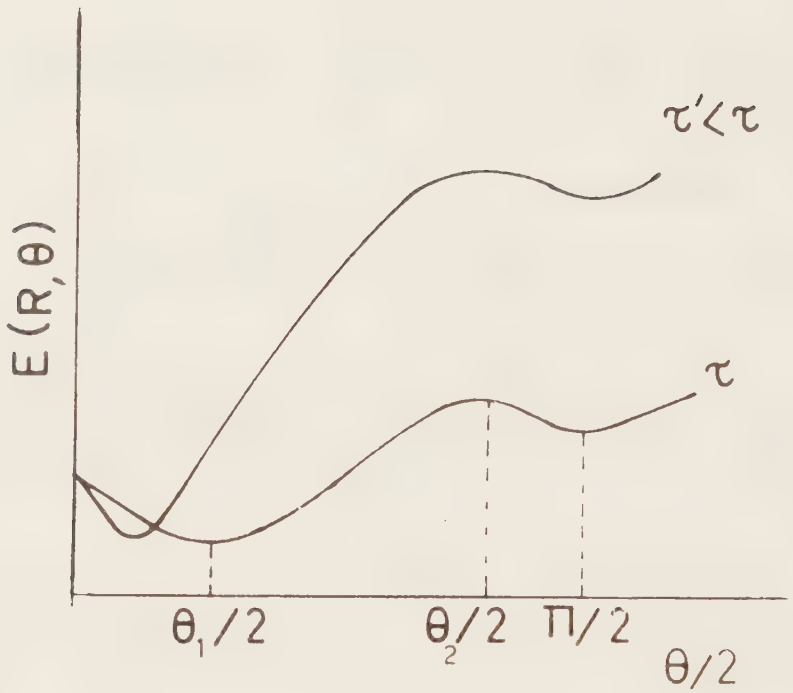

Fig. A.4.1. : Section de la surface E (R, θ) par le plan R = t/τb, pour 2 valeurs de τ.

On vérifie aisément que $\frac{\partial^2 E}{\partial R^2}$ pour R = t/τb et $\theta = \theta_1$ est positif; le point de la surface (t/τb , θ_1) est bien un puits (équilibre stable).

Les points de départ et d'échappement sont donc dans le plan R = t/τb . Il est raisonnable de supposer que le chemin qui les relie restera dans ce plan. Dès lors la relation (A.4.2.) est égale à $l' + \frac{2t}{\tau b} \sin \frac{\theta}{2} = 2l$ tout le long du chemin. Les deux arcs CC' et DD' se réjoignent en O pour une valeur de θ donnée par :

$$\theta = \theta_1 = 2 \text{ Arc sin } \frac{lb}{t} \tau^* \qquad \text{(A.4.9.)}$$

Si $\theta_1 < \theta_2$, $\Delta H = E(\theta_1) - E(\theta_1)$, l'échappement se produit avec destruction de la dislocation de recombinaison. (A.4.10.)

Si $\theta_1 > \theta_2$, $\Delta H = E(\theta_2) - E(\theta_1)$, l'échappement se produit avant que la dislocation de recombinaison ne soit complètement détruite. (A.4.11.)

* $\left(\frac{\partial^2 E}{\partial R^2}\right)_{R = t/\tau b} > 0$ de $\theta = 0$ à θ_1

E (R, θ) s'écrit pour $R = t/\tau b$:

$$E\left(R = \frac{t}{\tau b}, \theta\right) = 2t\left[\frac{t}{\tau b}\left(\frac{\theta}{2} - 2\sin\frac{\theta}{2} + \frac{1}{2}\sin\theta\right) + \sqrt{l^2\sin^2\varphi + \left(l\cos\varphi - 2l + \frac{2t}{\tau b}\sin\frac{\theta}{2}\right)^2}\right]$$

(A.4.12.)

Pour une valeur de φ et de l, et pour différentes valeurs de τ , on a déterminé en machine θ_1 , θ_2 et θ_1 . ΔH est ensuite calculé à l'aide (A.4.12.) et (A.4.10.) ou (A.4.11.) On obtient ainsi les variations $\Delta H_{l,\varphi}$ en fonction de τ . On remarque en cours de calcul que l'échappement $l' \neq 0$ se produit pour les φ petits et les τ grands, en accord avec la théorie de SAADA.

La figure A.4.2. montre les résultats obtenus pour différentes valeurs de φ et deux valeurs de l.

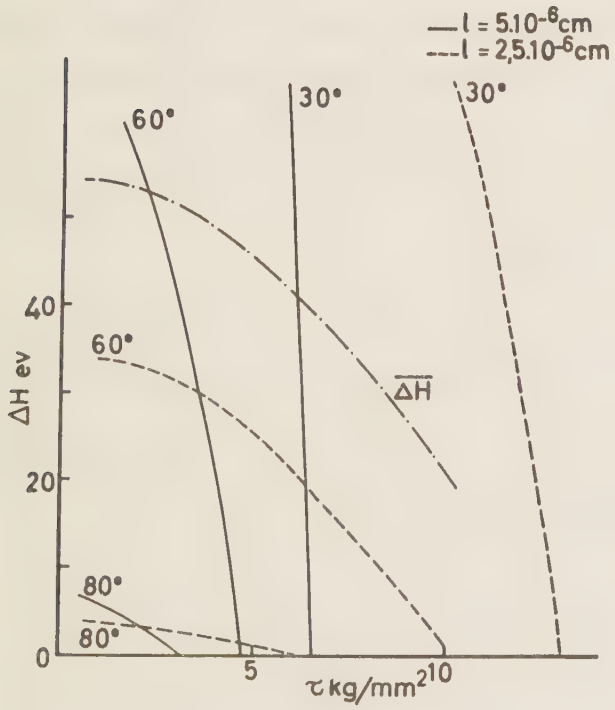

Fig. A.4.2. : Variations $\Delta H - \tau$.
La courbe en trait mixte représente ΔH, pondéré pour des valeurs de φ comprises entre 0 et 90°, avec $\Delta\varphi = 10°$, et $l = 2{,}5.10^{-6}$cm.

Nous calculons également une valeur moyenne de $\Delta H_\tau (\varphi)$, en pondérant par $\sin \varphi$, probabilité qu'un arbre d'inclinaison φ a de percer le plan de glissement de la dislocation mobile :

$$\Delta H_\tau = \frac{\int_0^{\Pi/2} \Delta H_\tau (\varphi) \sin \varphi \, . \, d\varphi}{\int_0^{\Pi/2} \sin \varphi \, . \, d\varphi}$$

La concavité des courbes $\Delta H_\varphi (\tau)$ est inverse de celle de la méthode 4.2.1.1., chapitre 5; nous obtenons également pour φ grand des valeurs plus faibles de ΔH et $-d\Delta H/d\tau$. A φ petit, ΔH atteint rapidement des valeurs prohibitives, et les valeurs ΔH activables ne sont obtenues qu'à très fortes contraintes; $\overline{\Delta H}$, calculé pour chaque valeur de τ, est par suite encore très élevé à contrainte moyenne.

ANNEXE 5

Franchissement des particules par glissement

Nous distinguons deux sous-cas :

1. Contrainte appliquée voisine de la contrainte critique d'OROWAN τ_c

Le modèle, introduit au paragraphe 4.2.2., est envisagé avec des particules sphériques. La ligne de dislocation mobile est considérée comme collée aux cercles d'intersection par le plan de glissement suivant les arcs AB-A'B', reliés par un arc de cercle tangent de rayon :

$$\rho = \frac{L}{2\cos\theta} - R$$

L'énergie thermique d'activation est la différence d'énergie entre la position de départ ABB'A' et la position d'échappement ACC'A'.

L'énergie à apporter pour que la dislocation passe d'une position de référence rectiligne AA' à une position intermédiaire repérée par un angle φ, s'écrit, compte-tenu du travail de la tension de ligne t et de la contrainte appliquée τ :

$$\Delta E = t\Delta l - \tau b \Delta s \qquad \text{(A.5.1.)}$$

où Δl est la différence de longueur de la ligne de dislocation entre la position rectiligne AA' et la position φ, et Δs l'aire balayée correspondante.

Soit :

$$\Delta E = tL\left(\frac{\Pi - 2\varphi}{2\cos\varphi} - 1\right)$$

$$- \tau b\left[\frac{L^2}{8\cos^2\varphi}(\Pi - 2\varphi - \sin 2\varphi) - LR\left(\frac{\Pi - 2\varphi}{2\cos\varphi} - 1\right)\right]$$

$\frac{d\Delta E}{d\varphi} = 0$ donne les positions d'énergie minimum et maximum, c'est-à-dire les positions d'équilibre de départ et d'échappement. La dérivée s'annule pour $\cos\varphi = \frac{\tau bL}{2(t+\tau bR)} = \cos\theta$.

D'où :

$\varphi = \theta$, position de départ

$\varphi = -\theta$, position d'échappement

L'énergie d'activation est donc :

$$\Delta H = \Delta E\ (-\theta) \ - \ \Delta E\ (+\theta)$$

qui conduit à :

$$\Delta H = \frac{(t + \tau bR)^2}{\tau b}\ (2\theta - \sin 2\theta)$$

soit finalement :

$$\Delta H = \frac{(t + \tau bR)^2}{\tau b}\left[2 \text{ Arc cos } \frac{\tau bL}{2(t + \tau bR)} - \frac{\tau bL}{(t + \tau bR)}\sqrt{1 - \frac{(\tau bL)^2}{(t + \tau bR)^2}}\right] \qquad (A.5.2.)$$

ΔH s'annule pour $\theta = 0$, c'est-à-dire pour :

$$\tau = \tau_c = \frac{2t}{b(L - 2R)}\ ,\ \text{contrainte critique d'OROWAN.}$$

Un tel processus d'échappement conduit à une vitesse de déformation :

$$\dot{\varepsilon} = Nb\,a\nu_D\,\frac{b}{L}$$

où N est le nombre d'arcs mobiles par cm^3, $a \simeq L^2$ l'aire balayée pendant un saut, et ν_D la fréquence de DEBYE;soit :

$$\dot{\varepsilon} = Nb^2 L\nu_D \exp(-\Delta H / kT) \qquad (A.5.3.)$$

(A.5.2.) prend des expressions simples dans les cas suivants :

a) τ voisin de τ_c :

On obtient, en développant sin 2θ :

$$\Delta H = \frac{2\sqrt{2}}{3} \; t \; \frac{L^2}{D\tau} \left[1 - \frac{L}{2(R + D\frac{\tau_c}{\tau})} \right]^{3/2} \qquad (A.5.4.)$$

avec $D = \frac{L}{2} - R$

b) τ voisin de τ_c, $R \ll \frac{L}{2}$:

$$\Delta H = \frac{4\sqrt{2}}{3} tL \left(1 - \frac{\tau}{\tau_c} \right)^{3/2} \qquad (A.5.5.)$$

Dans ce cas simple :

$$- \frac{d(\Delta H)}{d\tau} = v^* = 2\sqrt{2} \, \frac{tL}{\tau_c} \left(1 - \frac{\tau}{\tau_c} \right)^{1/2} \qquad (A.5.6.)$$

En éliminant τ entre (A.5.5.) et (A.5.6.) :

$$\frac{v^{*3}}{\Delta H} = \frac{3}{2t} \cdot L^5 b^3$$

soit, en posant $t = \mu b^2 / 2$:

$$\mu \frac{v^{*3}}{\Delta H} = 3L^5 b = \text{cte, indépendante de la contrainte.} \qquad (A.5.7.)$$

2. Contrainte appliquée inférieure à la contrainte critique d'OROWAN, τ_c :

(A.5.2.) conduit à des énergies d'activation prohibitives pour τ non voisin de τ_c. COULOMB et FRIEDEL (16) (68) envisagent un mécanisme à plus faible énergie pour les faibles contraintes : figure A.5.1.

Les deux boucles AB et BC, sous l'action de l'agitation thermique, se courbent simultanément jusqu'à former un arc continu AB"'C par réunion de B' et B".

L'énergie d'activation s'écrit alors, si R <<L :

$$\Delta H \simeq 2Rt\left(1 - 2\frac{\tau}{\tau_c}\right) \qquad \text{(A.5.8.)}$$

On tire :

$$v^* \simeq 4R\frac{t}{\tau_c}\text{, indépendant de la contrainte .} \qquad \text{(A.5.9.)}$$

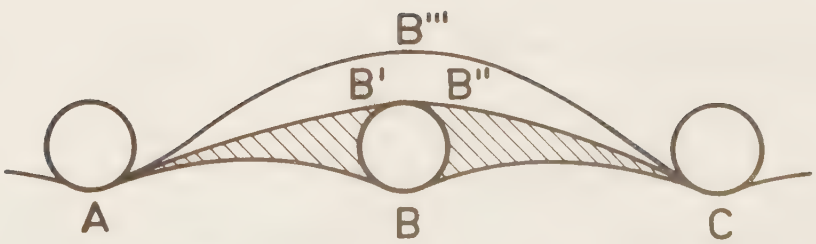

Fig. A.5.1. : Franchissement à basse contrainte, d'après FRIEDEL (15).

3. Application numérique. Comparaison avec l'expérience

3.1. Application numérique

Les volumes d'activation mesurés au-dessus de 350°C croissent avec T donc décroissent avec τ . D'après (A.5.6.) et (A.5.9.), ce fait expérimental s'accorde mieux avec le modèle 1 à fortes contraintes.

Aussi calculons-nous numériquement ΔH donnée par (A.5.2.) pour les valeurs de L et R déterminées au chapitre 3.

Notre modèle est calculé avec des sphères, non avec des plaquettes circulaires. Nous connaissons les systèmes de glissement favorables dans Al : plans (111) et (100) à T > 450°C (68). Si l'on tient compte de la texture du SAP, un diamètre des plaquettes étant parallèle à la direction [111] des grains d'Al, il est possible de déterminer les surfaces d'intersection des plaquettes par les plans (111) et (100). La plaquette pouvant tourner autour de l'axe [111] , la position relative du vecteur de BURGERS de la dislocation mobile dans le plan de glissement considéré et de la surface d'intersection varie, et l'on doit dans chaque cas reconsidérer l'interaction dislocation-particule. Le problème est soluble et consiste à pondérer les longueurs d'interaction pour chaque orientation relative $\vec{b}$ - particule et pour chaque système de glissement. La dispersion des paramètres structuraux dans le SAP ne rend pas indispensable ce calcul; d'autant plus que la texture [111] du SAP diminue pour les teneurs en alumine croissantes, disparaissant à fortes teneurs (10-14 % en poids). Aussi faisons-nous l'approximation suivante : nous prenons comme rayon du cercle intervenant dans le modèle, le rayon d'un cercle de même surface que l'intersection moyenne des plaquettes par un plan quelconque, $\bar{s} = 2re$. Dans ces conditions :

$$L = 2\bar{R}_s \quad \text{et} \quad R = (2re/\Pi)^{\frac{1}{2}}$$

c'est-à-dire pour les SAP 4, 7 et 10 : table A.5.1.

	SAP 4	SAP 7	SAP 10
L (Å)	2.080	1.820	1.620
R (Å)	253	293	314

T a b l e A.5.1.

En introduisant ces valeurs dans (A.5.2.) on calcule les variations $\Delta H - \tau$ représentées sur la figure A.5.2.

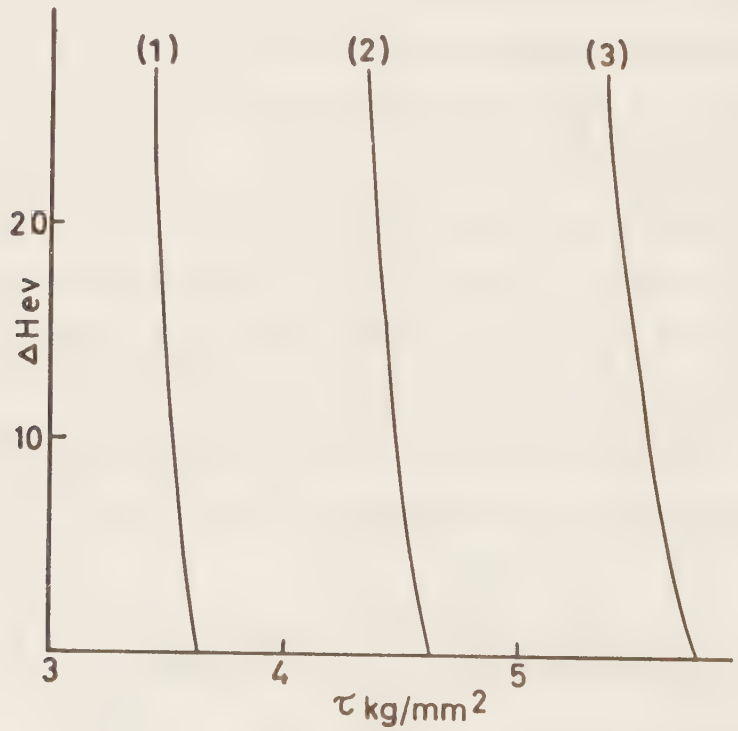

Fig. A.5.2. : Variations $\Delta H - \tau$ obtenues à partir de A.5.2. pour les SAP 4 (1), SAP 7 (2) et SAP 10 (3). On a pris $b = 2{,}86.10^{-8}$ cm et $t = \mu b^2/2$.

3.2. Comparaison avec l'expérience

Nous comparons les précédents résultats avec les mesures de ΔH à haute température, quand la contrainte appliquée est peu inférieure à la contrainte d'OROWAN ($\tau_0 \simeq 3{,}6$ kg/mm^2 pour le SAP 4). A ces températures les contraintes de dilatation différentielle sont relâchées, et la diffusion est suffisamment importante pour que les éventuels anneaux résiduels autour des particules s'échappent par montée.

ΔH calculé atteint à contrainte décroissante des valeurs importantes du même ordre de grandeur que ΔH mesuré. Pour le SAP 4, ΔH mesuré s'annule, par extrapolation, pour $\tau \simeq 3{,}5$ kg/mm^2 (fig. 5.7.); ΔH calculé s'annule pour $\tau = \tau_c \simeq 3{,}6$ kg/mm^2.

Des différences sont présentes :

a - v^*, calculé par (A.5.6.) ou donné par la pente des courbes A.5.2. , est supérieur à v^* mesuré, dans un rapport de l'ordre de 100.

b - pour le SAP 4, satisfaisant de préférence la condition R<<L/2, (A.5.7.) n'est pas suivie : $\mu v^{*3} / \Delta H$ croît avec T. On déduit de ce rapport à 450°C, L $\simeq$ 800 Å, très inférieur à 2080 Å.

D'autre part $v_7^{*3} \cdot \Delta H_4 / v_4^{*3} \Delta H_7 = (L_7 / L_4)^5$ pour les SAP 4 et 7; ce rapport est égal à 0,36 à partir des mesures de v^* et ΔH, à 0,51 à partir des valeurs de L de la table A.5.1.

En conclusion, le modèle envisagé ne satisfait pas pleinement l'expérience. Si un tel franchissement demande des énergies d'activation élevées, il conduit par contre à des variations de cette énergie avec la contrainte appliquée supérieures aux volumes d'activation mesurés.

4. Modèle complémentaire

Reconsidérons le modèle 1. Plus la contrainte appliquée est forte, plus la ligne de dislocation est courbée et plus elle a de chance d'être bloquée par de nouvelles particules. Ceci revient à dire qu'il ne faut plus prendre dans notre modèle $L = 2\bar{R}_s$, mais L = D, D étant la distance interparticules le long de la ligne; et D varie avec τ (15) comme :

$$D = \left(\frac{2tL}{\tau b} \right)^{1/3} \qquad \text{(A.5.10.)}$$

Dans ces conditions (A.5.5.) devient :

$$\Delta H \simeq 2\sqrt{2}\left(\frac{2tL^2}{\tau b}\right)^{1/3}\left[1-\left(\frac{\tau}{\tau_0}\right)^{2/3}\right]^{3/2} \qquad \text{(A.5.11.)}$$

Le facteur de fréquence varie alors en $\tau^{2/3}$. (A.5.11.) conduit à des v^* environ 10 fois plus faibles que précédemment, donc encore 10 fois trop forts.

REFERENCES

(1) R. IRMANN : Metallurgia, 46, n° 275, p. 125-133, (1952)

(2) T. TROZERA, O. SHERBY, J.E. DORN : Trans. ASM, 49, p. 173,(1957)

(3) H. CONRAD : Acta Met. 6, p. 339, (1958)

(4) Z.S. BASINSKY : Acta Met. 5, p. 684, (1957)

(5) H. CONRAD, H. WIEDERSICH : Acta Met. 8, p. 128, (1960)

(6) F.R.N. NABARRO: Bristol Conference, Phys. Soc.,London, (1948)

(7) O. SHERBY, J.L. LYTTON, J.E. DORN : Acta Met. 5, p. 219, (1957)

(8) C. CRUSSARD, J. FRIEDEL : Teddington Conference on creep and fracture Nat. Phys. Lab., (1956)

(9) A. KELLY, R.B. NICHOLSON : Progr. in Materials Science, 10, n° 3, (1963)

(10) R.L. FLEISCHER : Acta Met. 9, p. 996, (1961) ; Electron Microscopy and Strength of Crystals Interscience Publishers, p. 973, New-York, (1963)

(11) E. OROWAN : Symposium on Internal Stresses, Inst. Metals London, p.451 (1948). Fatigue and Fracture of Metals, Wiley, New-York, p. 135, (1954)

(12) E. GREGORY : Trans. AIME, 200, p. 247, (1954)

(13) M.F. ASHBY, G.C. SMITH : Phil. Mag. 5, p. 298, (1960)

(14) D. DEW-HUGUES, W.D. ROBERTSON : Acta Met. 8, p. 147-156, (1960)

(15) J. FRIEDEL : Dislocations. Pergamon Press, (1964)

(16) P. COULOMB : Acta Met. 7, p. 556, (1959)

(17) G. THOMAS, J.J. NUTTING : J. Inst. Met., 86, 7, (1957)

(18) M.F. ASHBY : Electron Microscopy and Strength of Crystals. Interscience Publishers, p. 891, New-York, (1963)

(19) M.F. ASHBY, M. Zeitschrift für Metallkunde, 55, 1, p. 5, (1964)

(20) J.C. FISHER, E.W. HART, R.H. PRY : Acta Met. 1, p. 336, (1953)

(21) E.W. HART : Trans. Amer. Soc. Met. A 46, 95, (1954)

(22) R.P. DEBEIR, M. GRIN : Rapport EURATOM - A paraître

(23) E. GREGORY, N.J. GRANT, : J. Metals, 6, (2), Trans. Sect., p. 247-252, (1954)

(24) F.V. LENEL, G.S. ANSELL, E.C. NELSON : J. Metals, 9, (1), Trans. Sect., p. 117-124 (1957); Wright Air Development Centre WADC. Technical report 56-176

(25) H. HUG, H. BICKSEL : Metall, 15, 1, p. 19, (1961)

(26) G. BONISSONI, M. PAGANELLI : Rapport EURATOM 403 i (1963)

(27) P. GUYOT, E. RUEDL, E. STAROSTE : A paraître

(28) P. GUYOT, E. RUEDL : Int. Powder Met. Conference, New-York - A paraître (1965)

(29) R.B. NICHOLSON, G. THOMAS, J. NUTTING : Brit. J. Appl. Phys., IX, p. 25-27, (1958)

(30) A.S. KEH : Direct observation of lattice defects in crystals, New-York-London - Interscience, 233, (1962)

(31) R.K. HAM : Phil. Mag. 6, p. 1183, (1961)

(32) G. BEGHI, G. PIATTI, D. QUATAERT : Rapport EURATOM n° 589 f., (1964)

(33) M. DESLOIRE : Rapport EURATOM n° 1846 f., (1964)

(34) R.L. FULLMAN : Trans. AIME, 197, p. 447, (1953)

(35) E. MOTTET, J. DEJACE : Communication privée (1965)

(36) M. PAGANELLI : Rapport EURATOM n° 1847 i, (1964)

(37) E. RUEDL, E. STAROSTE : J. Nuclear Materials - A paraître

(38) M.F. ASHBY, L.M. BROWN : Phil. Mag. 8, p. 1083, (1963)

(39) E.J. WESTERMAN et F.V. LENEL : Trans. Met. Soc. AIME, 218, p. 1010(1960)

(40) W.S. CREMENS, E.A. BRYAN, N.J. GRANT : Proc. Amer. Soc. Test. Mat. 58, p. 753, (1958)

(41) R.J. TOWNER : Trans. Met. Soc. AIME 236, p. 505, (1964)

(42) G. BEGHI, P. GUYOT, G. PIATTI : Mém. Sc. Rev. Met. LXI, 3, p. 191(1964)

(43) R.P. DEBEIR, P. GUYOT : Accepté par Acta Met.

(44) R.P. CARREKER, R.W. HIBBARD : Acta Met., 1, p. 654, (1953)

(45) P.M. SUTTON : Phys. Rev. 19, p. 816, (1953)

(46) A. SEEGER : Dislocations and Mechanical Properties of Crystals John Wiley & Sons, p. 243, (1957)

(47) J. FRIEDEL : Les dislocations, Gautier Villars, Paris, (1956)
- Electron Microscopy and Strength of Crystals, John Wiley & Sons, p. 605, (1963)
- Dislocations, Pergamon Press, (1964)

(48) P.B. HIRSCH : Internal Stresses and Fatigue in Metals, Elsevier, Amsterdam, (1959)

(49) G. SAADA : Métaux et corrosion - July-August-Sep., (1960)

(50) A.H. COTTRELL, R.J. STOKES : Proc. Soc. London A 233, 17, (1955)

(51) Z.S. BASINSKY: Phil. Mag. 4, p. 393, (1959)

(52) P. HAASEN : Phil. Mag. 3, p. 384, (1958)

(53) N.F. MOTT : Imperfections in nearly perfect crystals, Wiley, New-York, (1952)

(54) J. FRIEDEL : On the amplitude dependent internal friction, N P L Conference on plastic properties of Metals, (1963)

(55) J.B. MITCHELL, J.K. MITRA, J.E. DORN : Trans. Quarterly, June, (1963)

(56) J.K. MITRA, P.W. OSBORNE, J.E. DORN : Trans. AIME 221, p. 1206, (1961)

(57) R.S. GOODRICH, G.S. ANSELL : Acta Met. 12, p. 1097, (1964)

(58) R.P. SWANN : Electron Microscopy and Strength of Crystals. Interscience Publishers, p. 131, New-York, (1963)

(59) R.K. HAM, M.G. WRIGHT : Phil. Mag. 10, p. 937, (1964)

(60) P. GUYOT : Mém. Sc. Rev. Met. LXI, n° 7/8, p. 555, (1964)

(61) P. GUYOT : Acta Met. 12, p. 941, (1964)

(62) P. GUYOT : Acta Met. 12, p. 665, (1964)

(63) C.L. MEYERS, O.D. SHERBY : J. Inst. Met., 90, (1961-62)

(64) C.L. MEYERS, J.C. SHYNE, O.D. SHERBY : DMS Report n° 62-10, Stanford Univ. (Calif.) (1962)

(65) F.V. LENEL; G.S. ANSELL : Powder Met. Soc. of AIME, (1960)

(66) J.E. DORN, N. JAFFE : Wadd. T.R. 60-53; Contract n° AF 33 (616) 3860 (1960)

(67) J.E. DORN, N. JAFFE : Trans. Met. Soc. AIME, 224, p. 1167, (1962)

(68) P. COULOMB, J. FRIEDEL : Dislocations and Mechanical Properties of Crystals, p. 555, Wiley, New-York, (1957)

(69) P. LACOMBE, BEAUJARD : J. Inst. Met. 74, pt. 1, p. 1, (1947)

(70) S. AMELINCKX et al. : Phil. Mag. 46, p. 450, (1955)

(71) M. HEIMENDAHL, G. THOMAS: Rapport UCRL-11260, AEC contrat n° W-7405, (1964)

(72) Third United Nations International Conference on the paceful uses of Atomic Energy A/Conf. 28/P/773. Genève (1964).

R E M E R C I E M E N T S

Ce travail a été effectué dans la section "Essais des Matériaux" du Service de Métallurgie et Céramique du C.C.R. EURATOM à ISPRA. Je dis ma gratitude à M. GUERON, Directeur Général de la Division Recherche et Enseignement, et à M. MORANVILLE, chef du Service, pour m'avoir permis d'entreprendre une telle étude et pour m'avoir accordé d'une façon permanente les facilités permettant de la mener à bien.

Je tiens à exprimer ma profonde reconnaissance à M. le Professeur FRIEDEL pour son intérêt constant et ses précieux conseils, ainsi que pour avoir pris la responsabilité d'assumer la direction de cette étude malgré les difficultés de contact et de discussion dues à l'éloignement ISPRA-ORSAY.

Je tiens à remercier particulièrement M. RUEDL, du Service Physico-Chimie, qui a réalisé la partie microscopie électronique du présent travail. Je remercie également M. HUBAUX qui a traité les calculs numériques en machine, ainsi que M. SAADA pour les fructueux échanges de vue qu'il m'a accordés.

DEUXIEME THESE

Propositions données par la Faculté

MECANISMES DE DEFORMATION DES METAUX A STRUCTURE HEXAGONALE COMPACTE

Vu et approuvé
Orsay le 1er Juillet 1965
Le doyen de la Faculté des Sciences
Centre d'Orsay
Joseph BERGERARD

Vu et permis d'imprimer
Le recteur de l'Académie
de Paris
Jean ROCHE